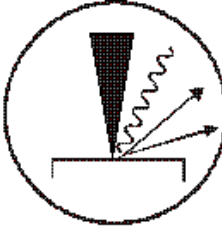


GN  
MEBA



GRUPEMENT NATIONAL DE  
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE  
ET DE MICROANALYSES



*En convention de coopération avec la Société Française de Physique*

# Petite histoire de la microscopie électronique à balayage

*Par François Grillon (Centre des Matériaux de l'EMP)  
et Jacky Ruste (EDF R&D)*

Décembre 2010

Il y a 45 ans, en 1965, commercialisation du premier microscope électronique à balayage...

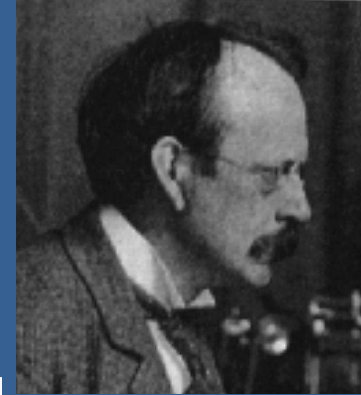
Le Stereoscan Mk I de Cambridge

*C'était l'aboutissement d'une  
longue histoire...*

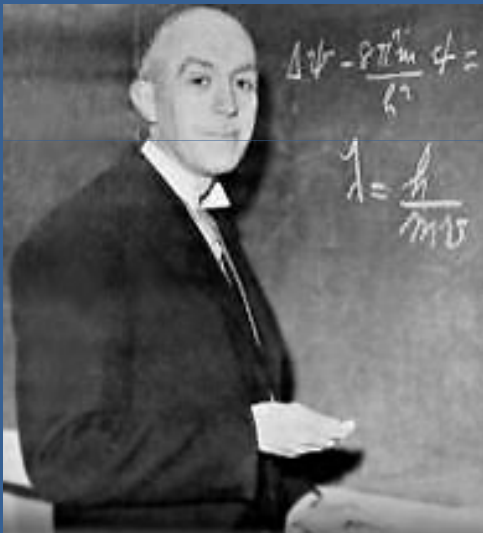
*Que nous allons vous conter !*

## Quelques dates essentielles

1893 : J.J. Thomson montre que les rayons cathodiques sont des particules chargées négativement : les électrons...



1902 : découverte par L. Austin et H. Starke de l'émission électronique secondaire des métaux



1925 : Thèse de Louis de Broglie sur la mécanique ondulatoire qui définit la nature ondulatoire de l'électron :

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0e(U + \frac{e}{2m_0c^2}U^2)}}$$

*(découverte fondamentale mais qui n'aura en fait aucune influence dans l'apparition de la microscopie électronique et encore moins dans celle de la microscopie par balayage !)*

1927 : Davidson et Germer mettent en évidence la diffraction des électrons...

# Histoire de la microscopie électronique à balayage

## 1<sup>ère</sup> partie : 1926 - 1965

### *Pour commencer, la préhistoire...*

**1843** : un horloger écossais, Alexander Bain, décrit la décomposition d'une image par balayage et dépose le brevet de l'ancêtre du FAX

**1897** : Karl Ferdinand Braun invente l'oscilloscope cathodique en déviant un faisceau d'électrons à l'aide de bobines défectrices

**1923** : Vladimir Zworykin dépose le brevet d'un système de télévision

**1928** : Un Irlandais, Synge, imagine pouvoir dépasser la limite d'Abbe en imaginant un microscope optique à balayage utilisant un diaphragme (ancêtre de l'« imagerie en champ proche ») et propose l'utilisation de cristaux piezo-électriques pour déplacer l'échantillon (comme le feront 70 ans plus tard les microscopes à effet tunnel !)

**1929** : Stinzing en Allemagne propose d'utiliser des électrons dans un microscope à balayage

## 1 – Tout débute en Allemagne...

**1926 : Hans BUSH jette les bases de l'optique électromagnétique et décrit le fonctionnement des lentilles électroniques**

**En 1928 lors d'une discussion autour d'un verre, à Vienne, Leo SZILARD et Dennis GABOR envisagent sérieusement la réalisation d'un microscope électronique... tout en émettant des doutes sur la « survie » des échantillons !**

**1931 : Léo SZILARD dépose un brevet de microscope électronique**

**Dès 1928, Adolf MATTHIAS, professeur à l'Université Technique de Berlin charge Max KNOLL de conduire une équipe de recherches sur la réalisation d'un microscope électronique avec des étudiants dont Ernst RUSKA et Bodo von BORRIES.**

**En 1931 Max KNOLL, Ernst RUSKA et Ernst BRÜCHE décrivent le principe d'un microscope électronique en transmission.**

***qui sera construit la même année par Max KNOLL et Ernst RUSKA.***

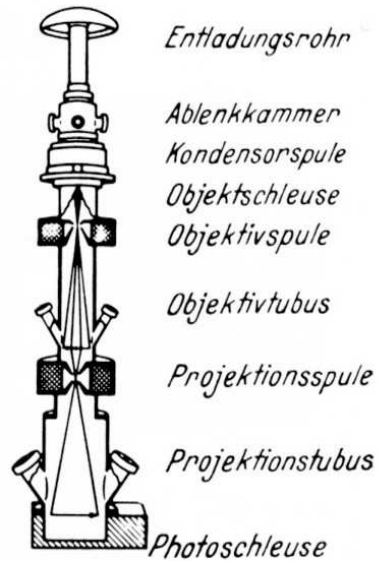
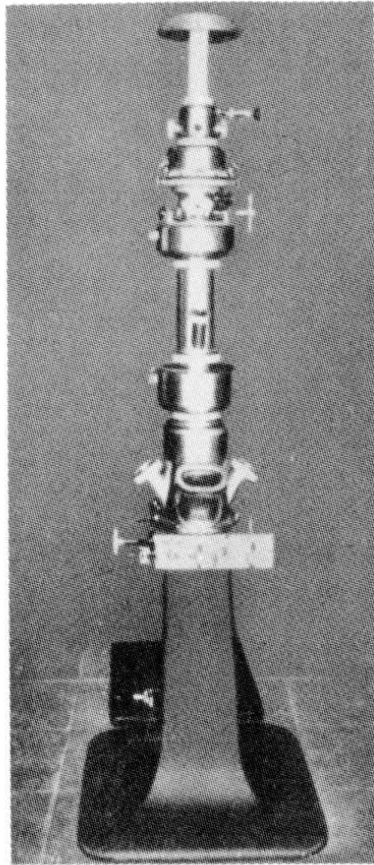
Deux microscopes seront construits, l'un avec 2 lentilles magnétiques et l'autre avec 2 lentilles électrostatiques.

Ils obtenaient alors la 1<sup>ère</sup> image agrandie de 14,4 fois !  
En 1933, le grossissement ne dépassait pas 7.000 !



Il faut attendre 1937 pour obtenir une résolution de 130 nm (Friedrich KRAUSE) et 10 nm en 1938.

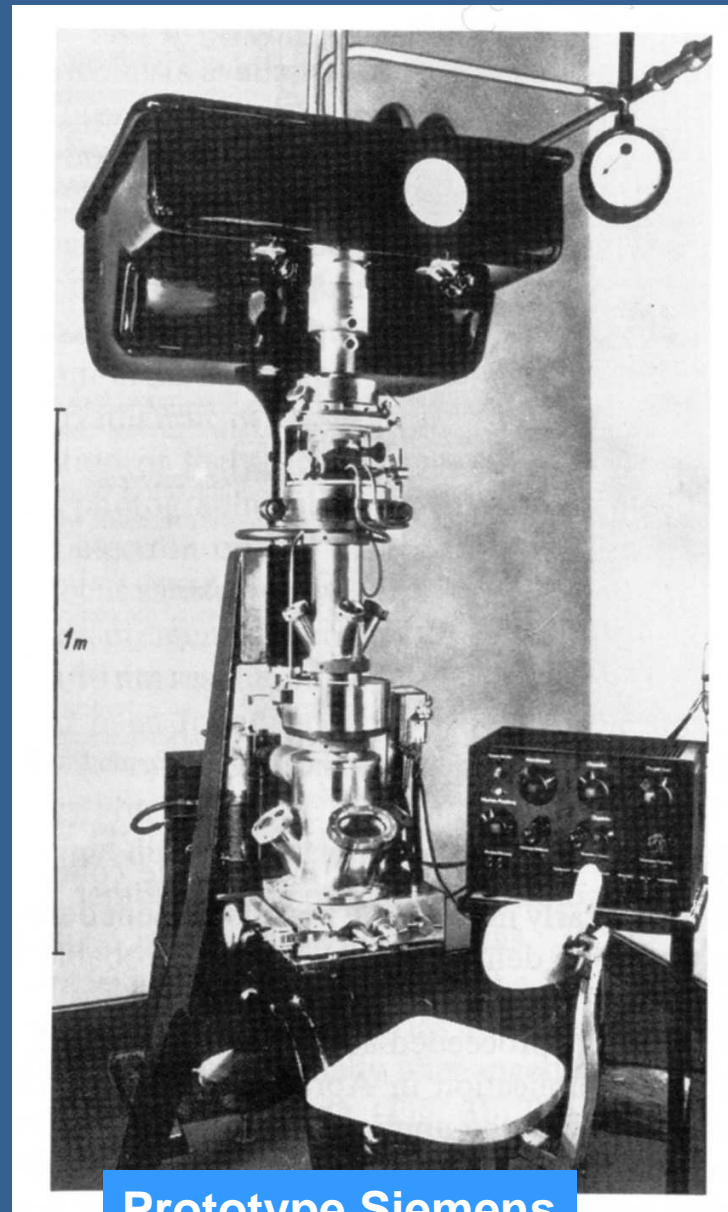




Übermikroskop

1<sup>er</sup> Prototype Siemens  
(1938)

Pour la commercialisation, Siemens fut choisie par rapport à Carl Zeiss. Il s'agira du microscope conçu par RUSKA et von BORRIES.



Prototype Siemens  
pré-production  
(1938)



Reconstitution du 1<sup>er</sup> microscope commercial (1939)



Le 1<sup>er</sup> microscope électronique sera finalement commercialisé en 1939 par Siemens & Halske.

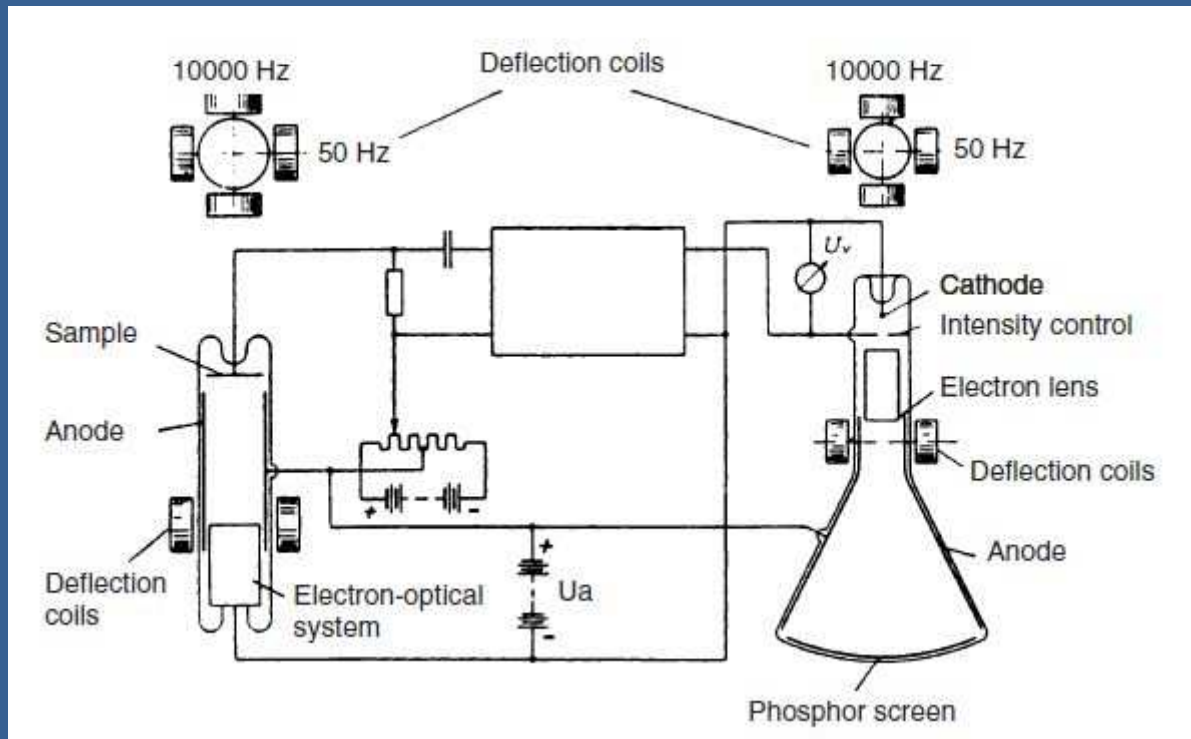
*Ernst Ruska recevra en 1986 le prix Nobel de physique en compagnie de G. Binnig et H. Rohrer, inventeurs du microscope à effet tunnel !*



En 1935, Max KNOLL, alors chez TELEFUNKEN, imagine le 1<sup>er</sup> microscope électronique à balayage (travaux sans suite...)

Tension d'accélération : de 400 à 5000 volts

Schéma du 1<sup>er</sup> MEB de Max Knoll (1935)





**Image obtenue par Knoll en 1935 sur un échantillon de Fer-silicium  
montrant un contraste de canalisation  
dimension de la zone observée : 50 mm**



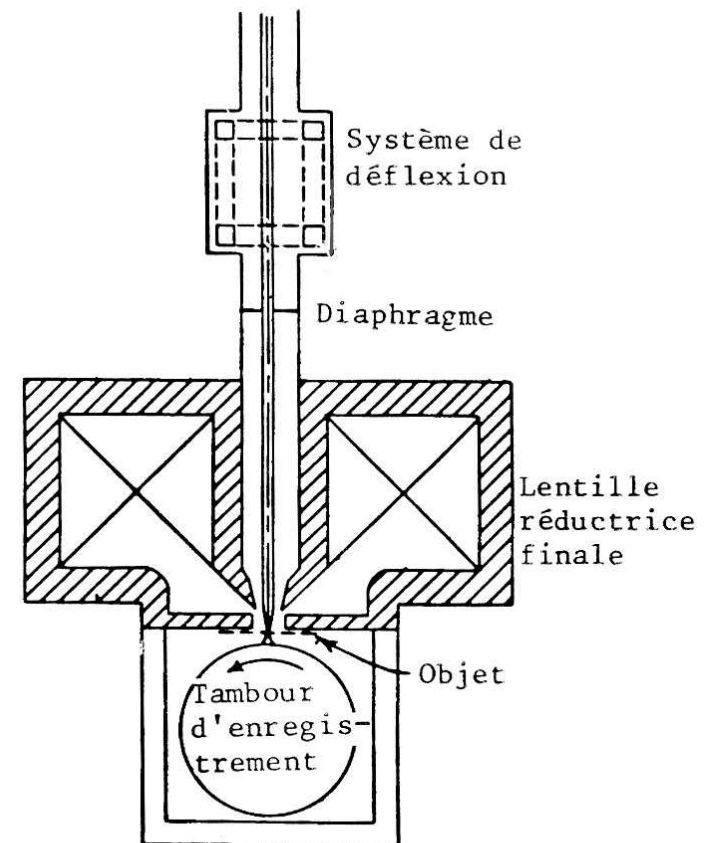
En 1938 Manfred von ARDENNE introduit dans un TEM des bobines de déflexion et ainsi réalise le 1<sup>er</sup> STEM !

Manfred Von Ardenne  
(1907-1997)

Le diamètre du faisceau électronique était de 10 nm, la tension d'accélération de 23 kV.

La résolution obtenue était de 50 à 100 nm... L'enregistrement de l'image d'une résolution de 400x400 se faisait sur un tambour, et prenait 20 mn.

*Son microscope fut détruit en 1944 lors des bombardements de Berlin.*



Le Microscope Electronique à Balayage de Von Ardenne (1938)

# Schéma du 1<sup>er</sup> STEM (1938)

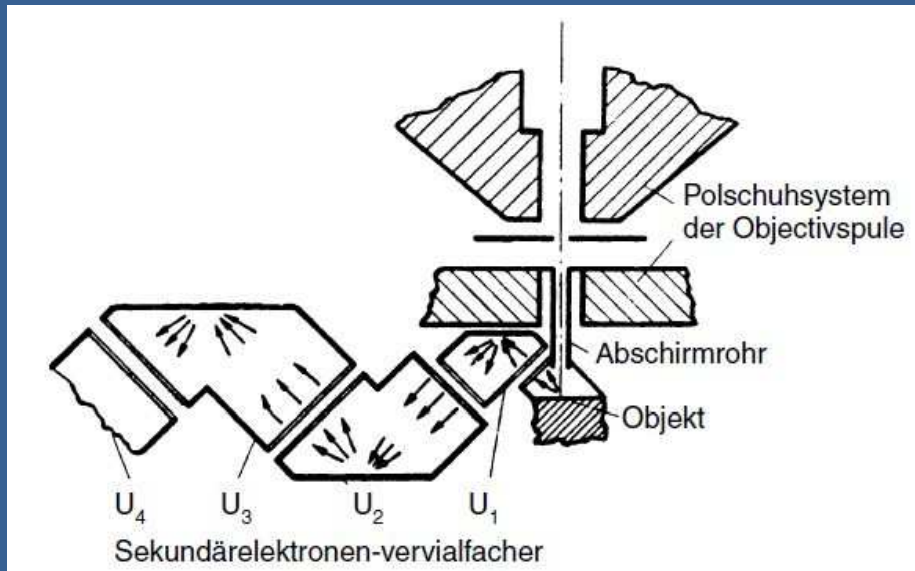
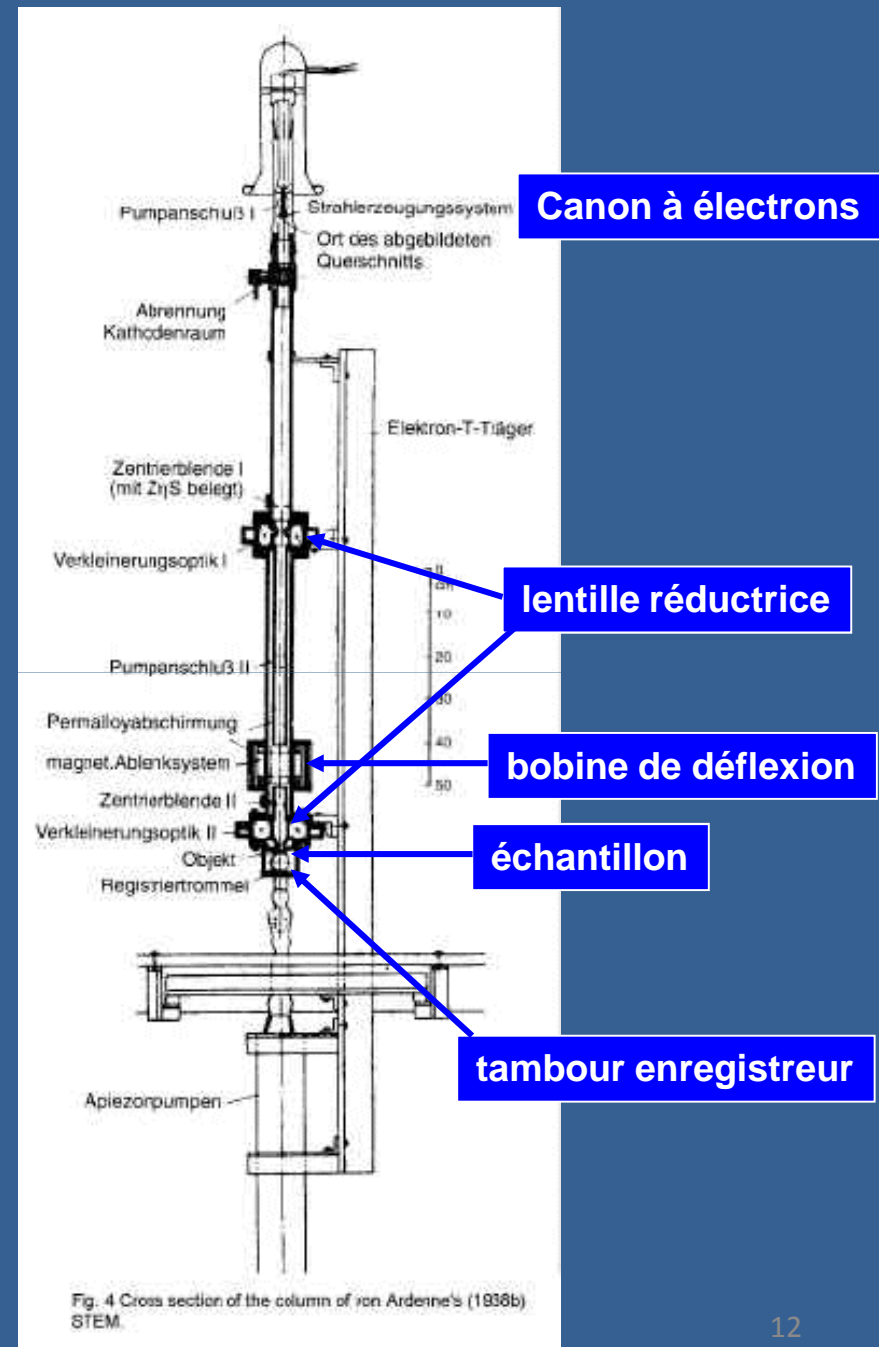


Schéma du détecteur d'électrons secondaires proposé par Von Ardenne, constitué par un multiplicateur d'électrons avec des dynodes en Cu-Be



***Qui était le baron Manfred von ARDENNE ?***

***Brillant électronicien, après avoir réalisé ses microscopes électroniques dans son laboratoire privé (financé par ses brevets en électronique), il travailla (sans succès) durant la 2<sup>ème</sup> guerre mondiale sur la conception du 1<sup>er</sup> réacteur nucléaire allemand (en utilisant un modérateur graphite et en concurrence avec l'équipe de Werner Heisenberg) et la possibilité de réaliser une arme atomique. Après la guerre Von Ardenne rejoindra l'Union Soviétique où il participera à la mise au point de la bombe H soviétique.***

***De retour à Dresde, en RDA, en 1955, il sera à l'origine du duoplasmatron, source d'émission ionique qui sera utilisé plus tard dans les sondes ioniques. Il jouera en 1989 un rôle important dans la chute du Mur de Berlin.***

***Il décède en 1997.***

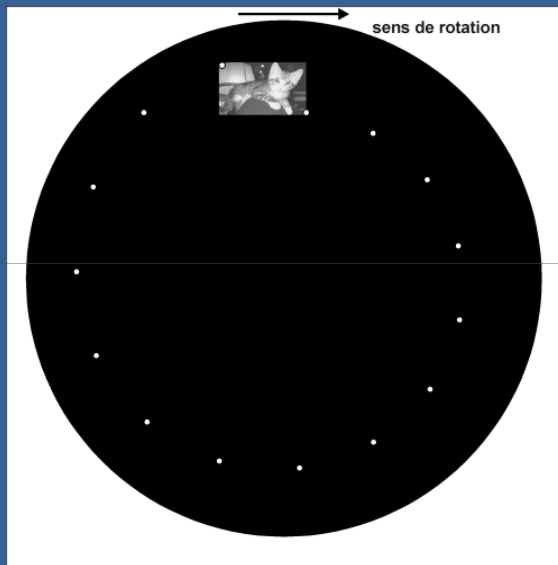
***Ainsi se termine l'histoire du MEB  
en Allemagne !***



## 2 – L'histoire continue aux USA

avec *Wladimir ZWORYKIN (1889-1982)*  
et *James HILLIER (1911–2007)*

1911 : W. ZWORYKIN et Boris ROSING construisent  
un téléviseur sur la base du disque de Nipkow



Principe de la décomposition  
et la reconstitution d'une  
image par balayage à l'aide  
d'un disque de Nipkow (*inventé par Paul Nipkow en  
1894*)

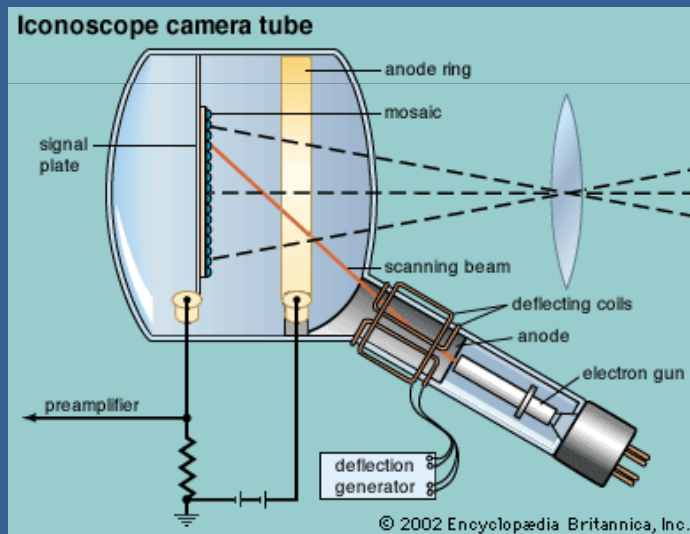


Poste de télévision mécanique  
(René Barthélemy, 1930)  
*La définition de l'image était de 30 lignes,  
puis de 60 pour atteindre 180 lignes en 1935*



Fondation Paribas/H.Maertens .  
Copyright: Musée des Arts et Métiers-Paris

En 1931, Zworykin met au point l'iconoscope, ancêtre de la caméra de télévision électronique moderne...



En 1934, Zworykin explique le principe du grandissement dans un microscope électronique à balayage par modification de l'amplitude du balayage.



En 1938, James Hillier (1915-2007) développe chez RCA en collaboration avec Albert Prebus un microscope électronique en transmission.

*A cette époque, Sworykin est directeur de la recherche électronique chez RCA*

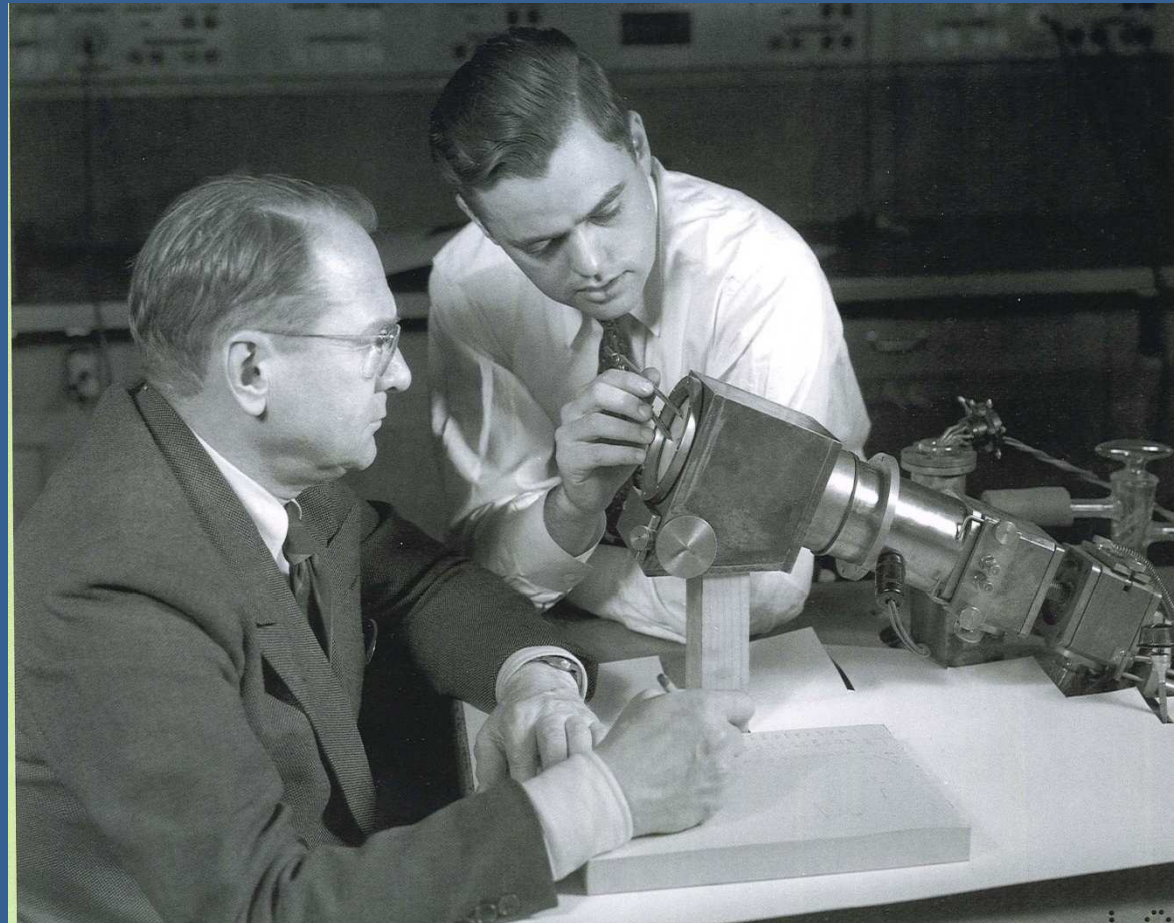




**James Hillier**



**Zworykin en 1956**

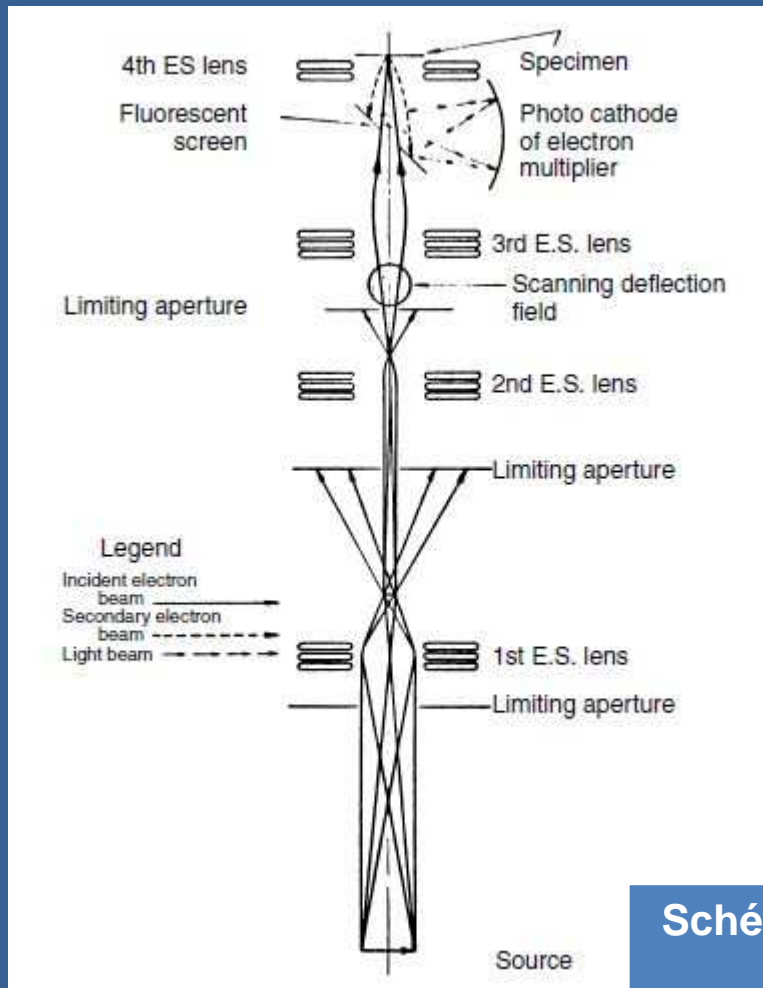


**James Hillier présente à Sworykin une version « table-top »  
du microscope électronique**

En 1942, Sworykin et Hillier conçoivent le premier MEB « moderne » pour échantillon massif :

- 3 lentilles électrostatiques, le canon étant placé en bas de la colonne
- tension d'accélération 10 kV
- diamètre de la sonde : 10nm
- résolution : 50 nm

*Par la suite, afin d'améliorer la résolution, il sera le 1er équipé d'un canon FEG.*



*Image de laiton  
attaqué  
champ : 18µm  
(1942)*

*A l'époque jugé « sans intérêt »...*

Schéma du 1<sup>er</sup> MEB pour échantillon massif  
(Zworykin 1942)

### 3 – Pour se conclure en Grande Bretagne !



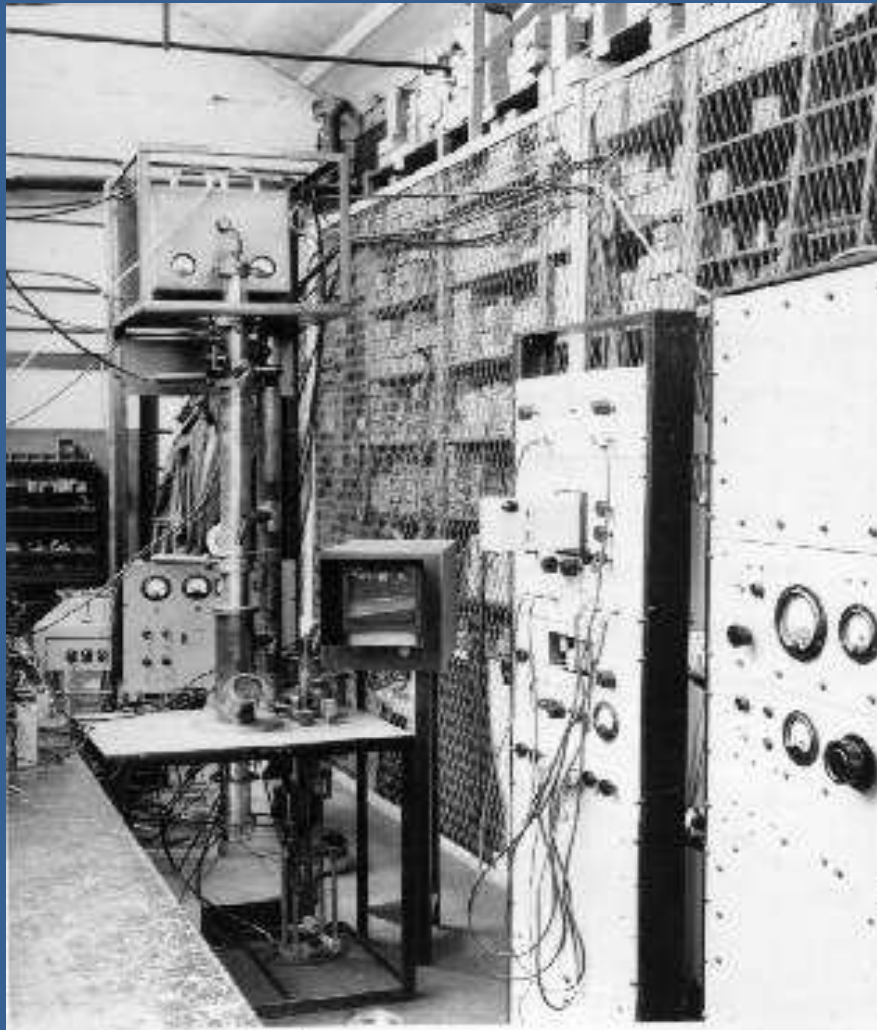
**Sir Charles OATLEY (1904 – 1996)**

**Radio-électronicien, il travailla pendant la guerre au développement du RADAR au Cavendish Laboratory**

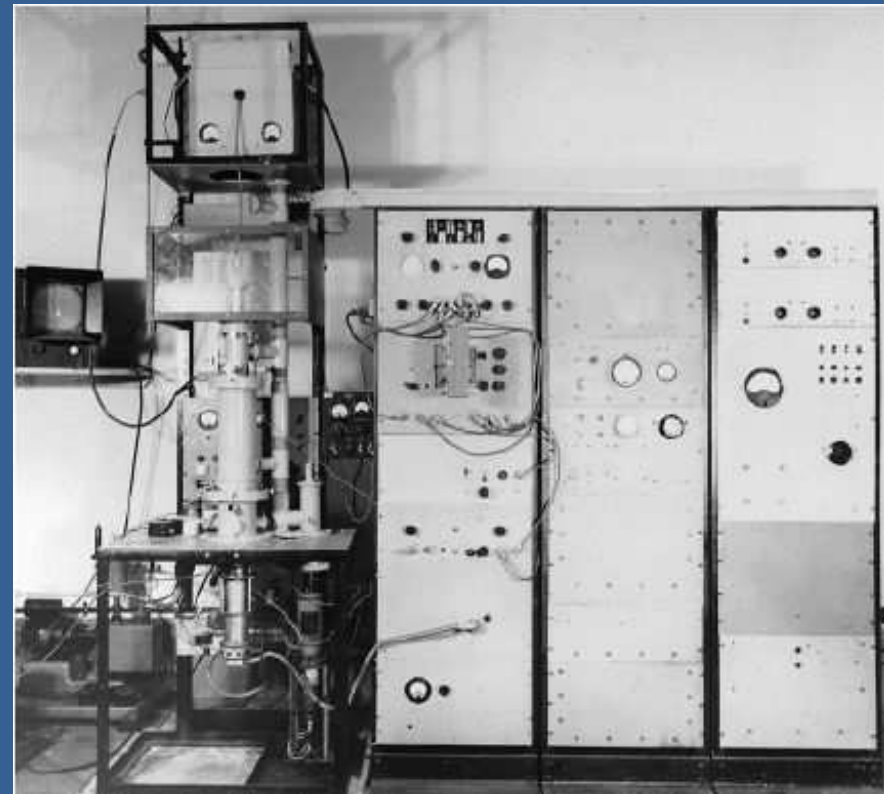
**En 1945 il rejoint l'Université de Cambridge comme directeur du laboratoire des sciences de l'ingénieur où, dès 1948 il s'intéresse au microscope électronique à balayage.**

**Avec Dennis McMULLAN il construit en 1952 son 1<sup>er</sup> MEB d'une résolution de 50 nm.**

**La détection des électrons secondaires se faisait directement à l'aide d'un tube photomultiplicateur avec des dynodes en Cu-Be.  
(il faut noter que la durée de vie des dynodes était fort brève en raison de la contamination)**



**Le 1<sup>er</sup> MEB réalisé en 1952  
avec Denis McMullan.**



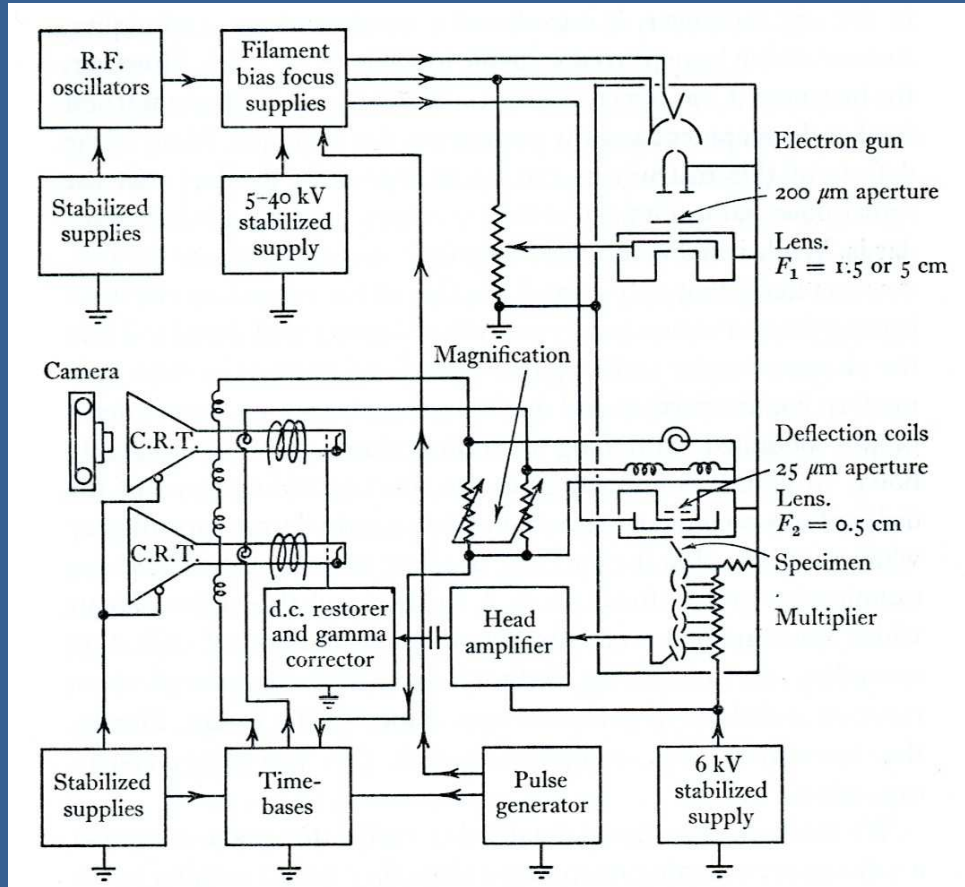
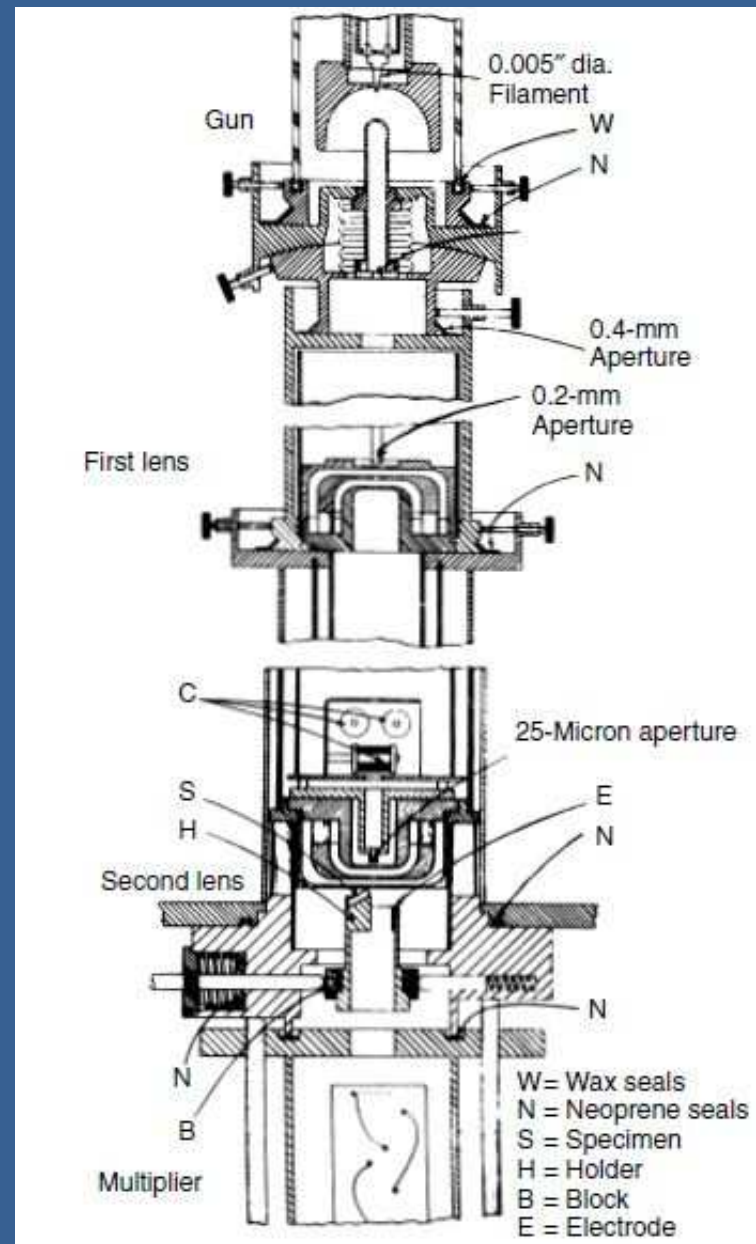
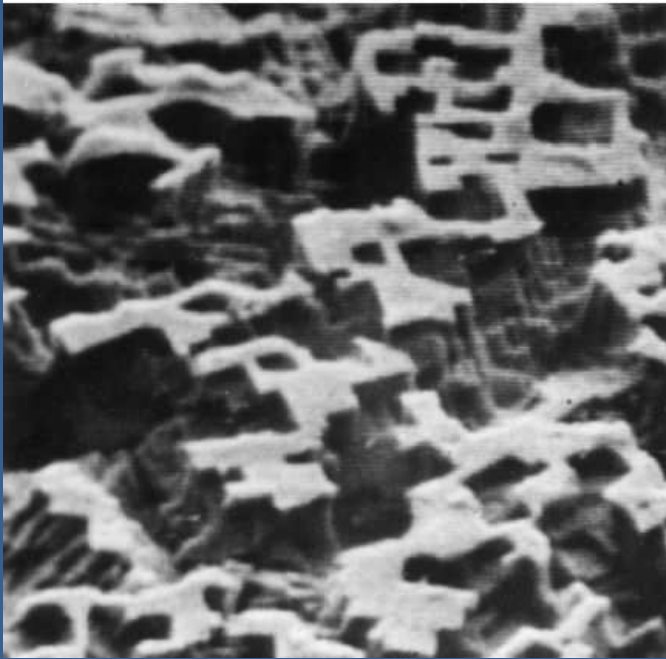


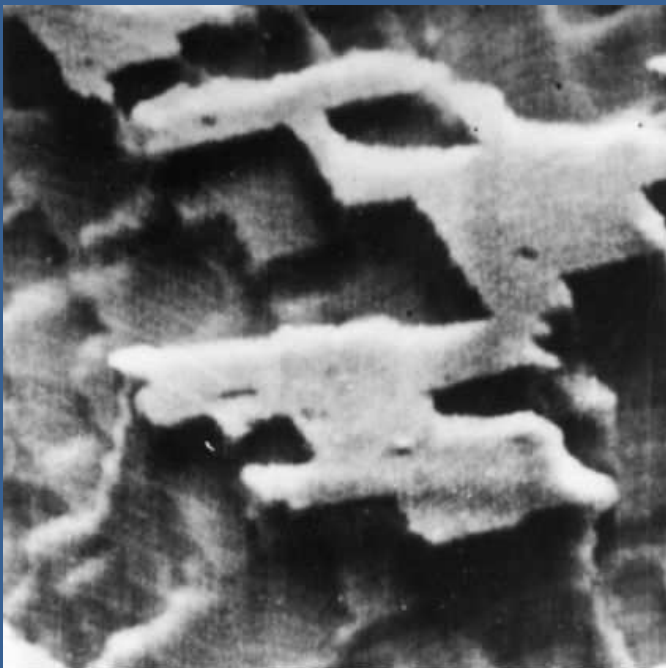
Schéma du 1<sup>er</sup> MEB de McMulan





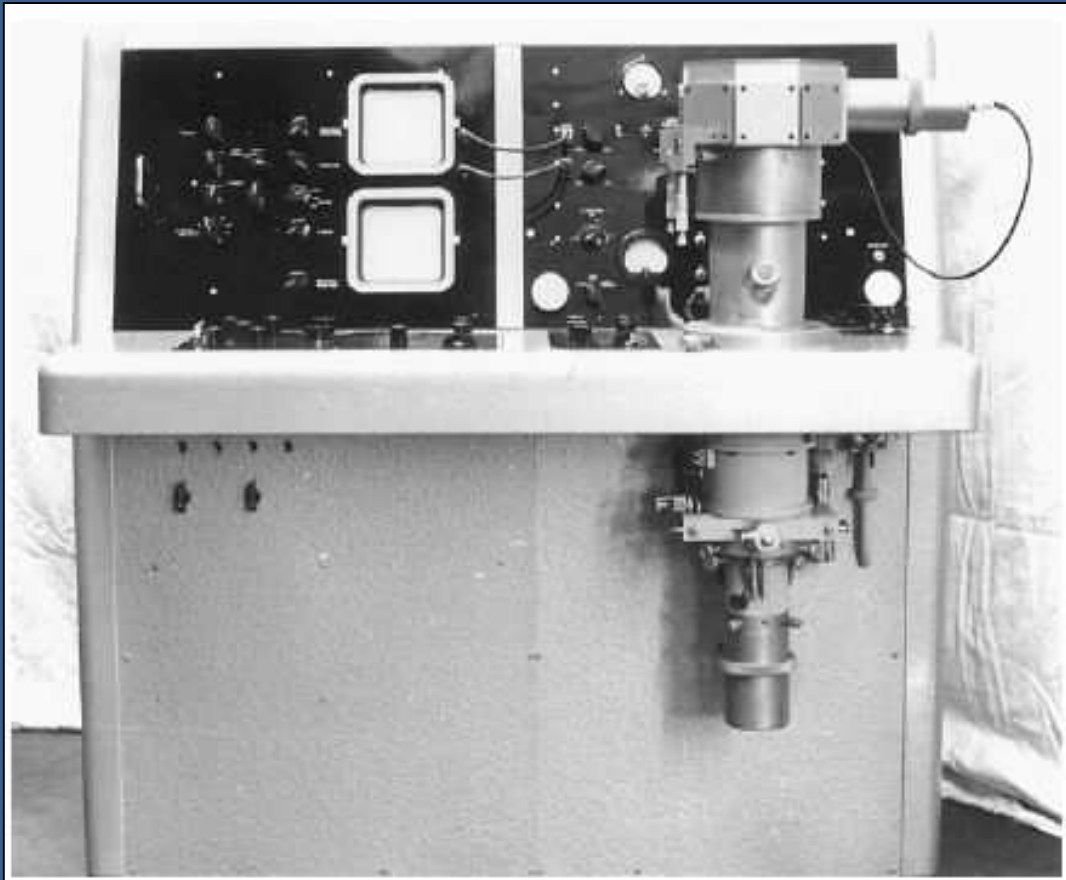
Une des premières images obtenues :  
surface d'aluminium attaquée  
Tension d'accélération : 16 kV

a) Champ imagé : 37  $\mu\text{m}$   
Courant :  $1,5 \cdot 10^{-10}$  A



b) Champ imagé : 15  $\mu\text{m}$   
Courant :  $10^{-13}$  A  
Durée de l'enregistrement : 5 mn

*Par la suite, d'autres étudiants (K. Smith, O.C. Wells) travaillent sur le développement et l'amélioration du MEB avec divers prototypes.*



**MEB n°3 de Smith (1959)**

**Mais comment améliorer la  
détection des électrons  
secondaires ?**

**En 1955, Oatley propose d'utiliser un scintillateur couplé à un tube PM  
pour détecter les électrons rétrodiffusés.**

**Cette solution sera reprise de 1955 à 1960 par T.E. Everhart et R.F.M. Thornley  
pour la détection des électrons secondaires :  
c'est le célèbre détecteur toujours utilisé de nos jours !**

# Principe du détecteur de Everhart et Thornley (1960)

Schéma de principe

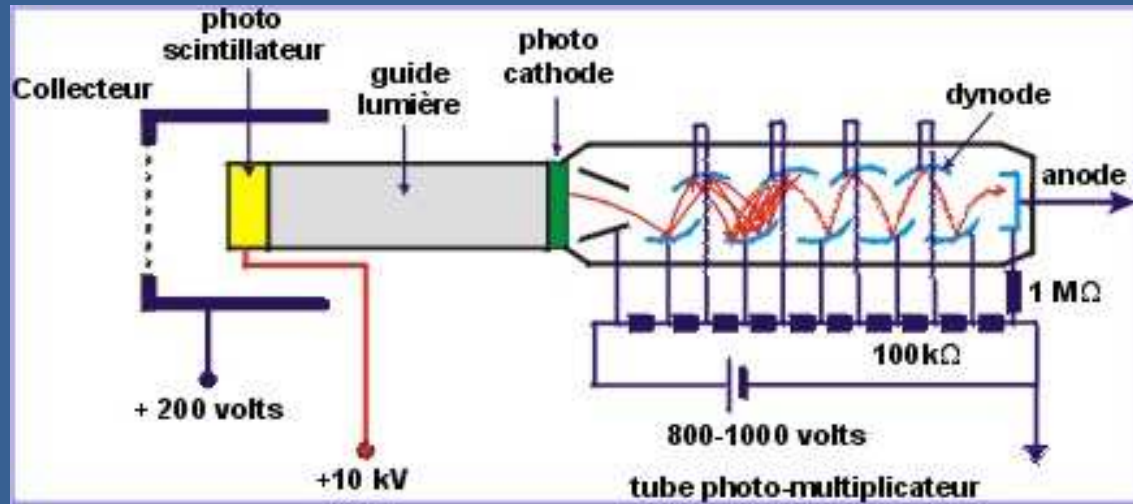
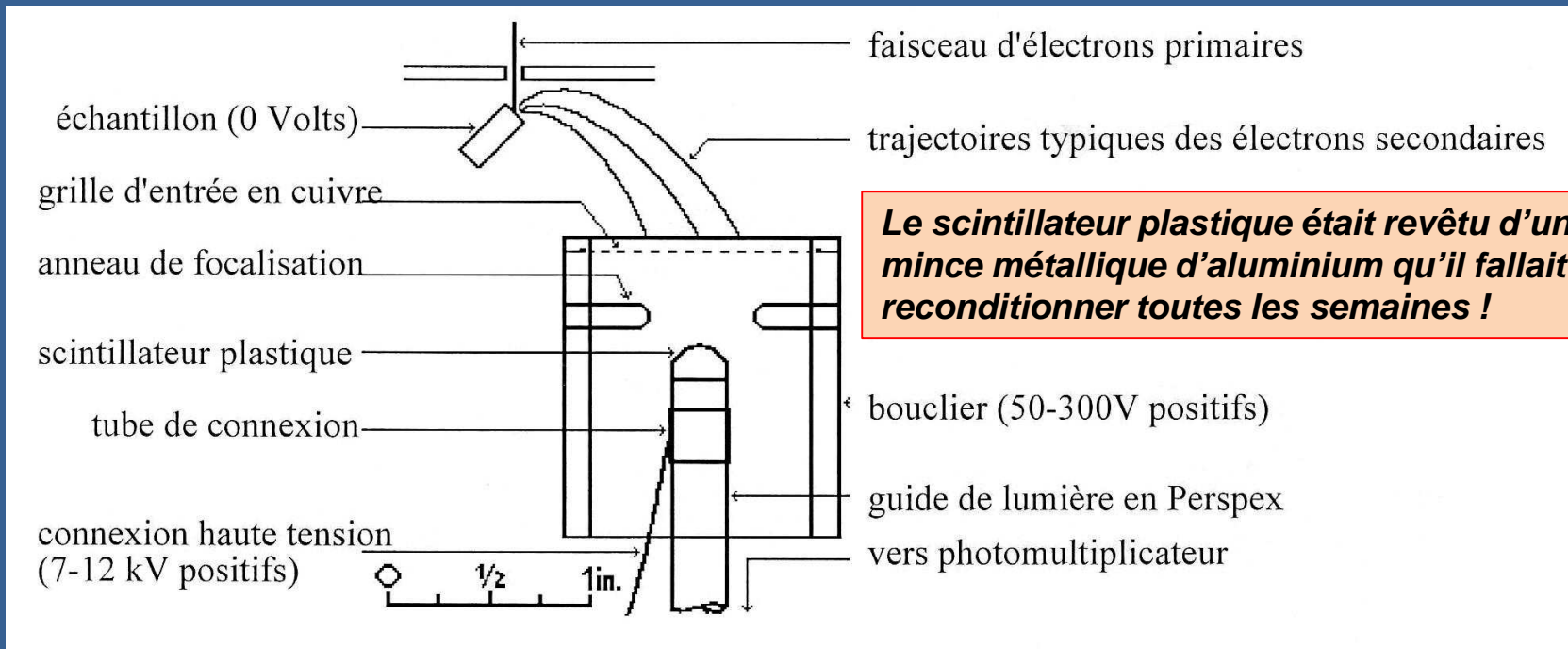
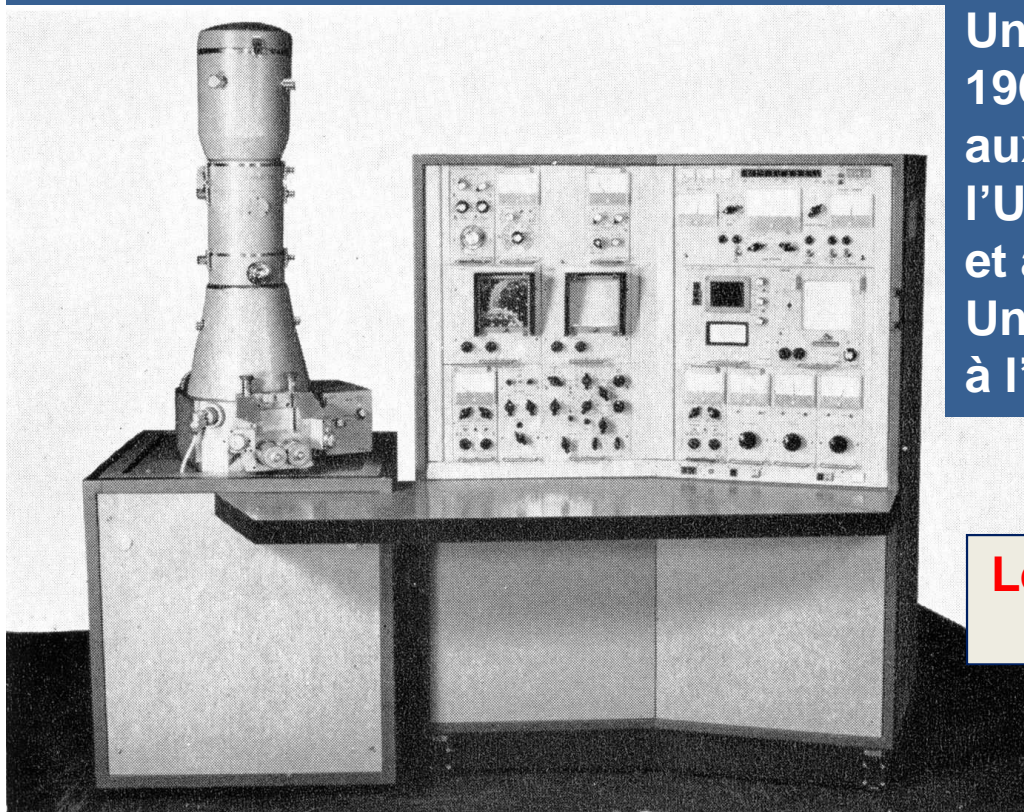


Schéma du détecteur original



***Le scintillateur plastique était revêtu d'un dépôt mince métallique d'aluminium qu'il fallait reconditionner toutes les semaines !***

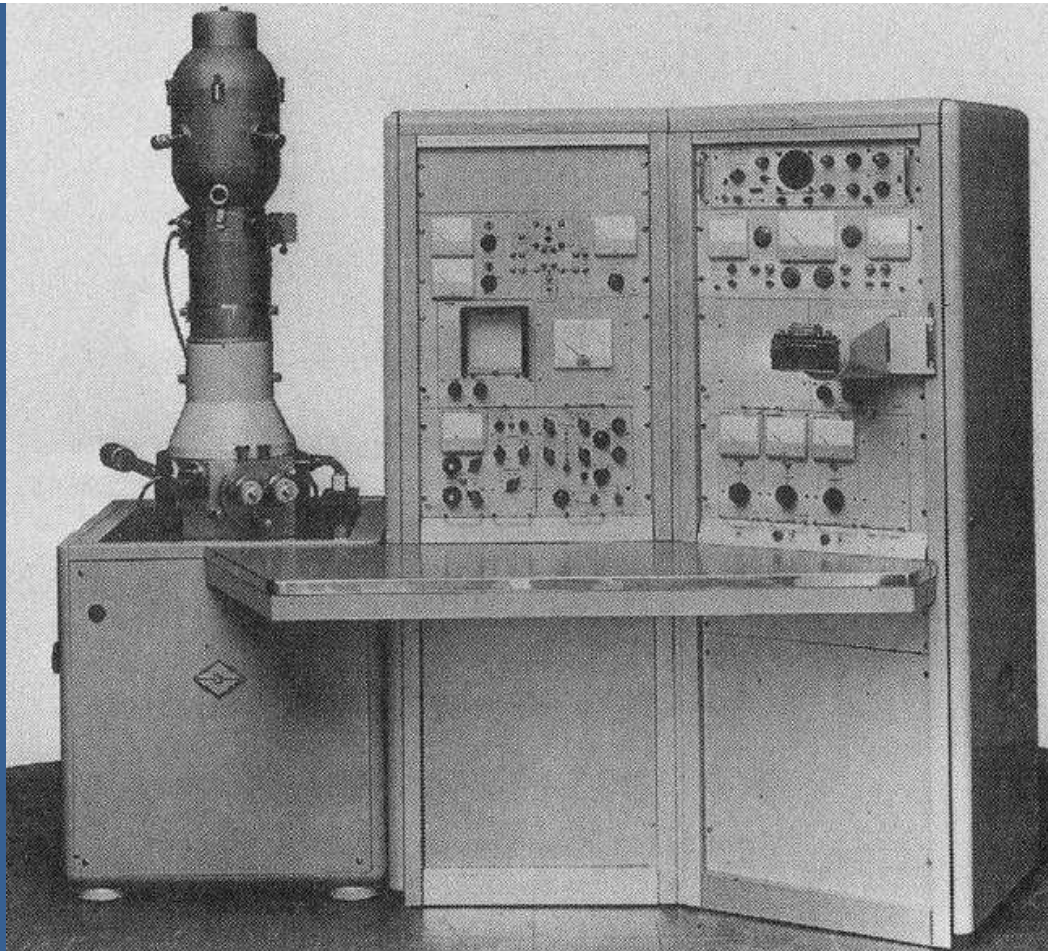
En dépit de sombres pronostics sur l'intérêt et l'avenir du MEB (seule une dizaine de microscopes devrait trouver preneur...) et après le refus de plusieurs constructeurs pressentis, une firme Cambridge Instruments Company, accepte en 1962 de commercialiser le Stereoscan MkI, en parallèle avec le développement du microanalyseur « Microscan ».



Un premier prototype est installé en 1964 à la Dupont Chemical Comporation aux USA, puis les suivants en 1965 à l'Université du Nord du Pays de Galles et à l'Université de Leeds. Un 4<sup>ème</sup> MEB est installé en Allemagne, à l'Université de Munster.

**Le Stereoscan Mk I (1965)**  
*résolution 500Å*

En 1965, le stereoscan MK I avait 50 nm de résolution, en 1966 avec le MK II elle atteignait 25 nm et en 1968 12 nm...



**Le Stereoscan Mk II (1966)**  
*résolution 250Å*

En France, 2 MEB seront installés dès 1967, le 1<sup>er</sup> au CEA Saclay chez Lucienne Meny (SRMA) et le 2<sup>ème</sup> au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris (J.L. Strudel)  
*Ce dernier était équipé d'un spectromètre WDS horizontal et semi-focalisant.*

Lucienne Meny



Suivront le S2-A, S4, S600, S4-10, S180, S150, S604, S150Mk2, S250, etc. pendant que la société Cambridge est rachetée d'abord par Imanco (Image Analysis Company, ex-Metals Research Company) puis par Leica avant de former avec Zeiss la société LEO... qui redeviendra Zeiss par la suite.



Charles Oatley et ses anciens étudiants et collègues à l'occasion de son 90<sup>ème</sup> anniversaire (1994)

Voici ceux qui sont à l'origine de la microscopie électronique à balayage autour de leur maître, Sir Charles Oatley...

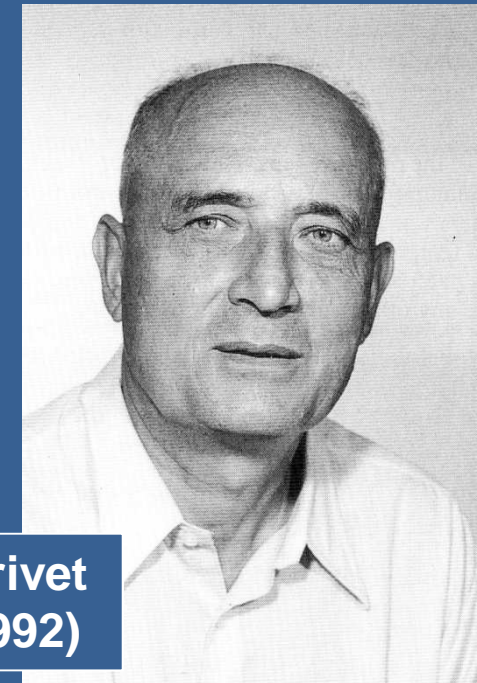
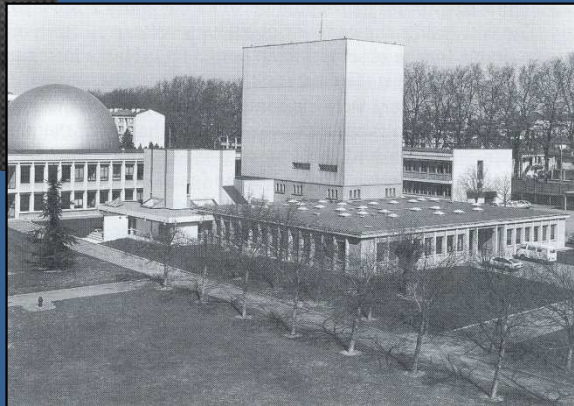
## ***Et en France ?***

Les études sur la microscopie électronique débutent en France dès 1933 avec J.J. Trillat et R. Fritz puis en 1937 avec Gaston Dupouy (1900-1985) à Toulouse, enfin à partir de 1940 avec André Léauté (1882-1960) à l'école Polytechnique et avec Pierre Grivet à la Compagnie Générale de Télégraphie Sans Fil (CSF).



**Gaston Dupouy  
(1900-1985)**

En 1942, G. Dupouy construit son premier microscope à lentilles électromagnétiques. *Au LOE (futur CEMES), à Toulouse, il poursuivra ses études sur les TEM très haute tension (1 à 3 MV)*



**Pierre Grivet  
(1911-1992)**

Le microscope électronique à lentilles électrostatiques mis au point par P. Grivet lors de sa thèse est commercialisé en 1946 par la CSF .



**Microscope CSF M3 (1946) issu des travaux de Pierre Grivet.**

**Tension d'accélération : 60 kV  
grossissement : x7.000  
résolution : quelques nm**

***64 microscopes seront construits entre 1946 et 1950.***

***Cet instrument servira à Castaing pour réaliser sa microsonde !***

***En 1948, P. Grivet conçoit un nouveau microscope pouvant atteindre un grossissement de x40.000 mais qui ne sera pas commercialisé par la CSF !***

**D'autres constructeurs français comme OPL (Optique et Précision de Levallois) (70 microscopes entre 1955 et 1963) et la SOPELEM (Société d'optique, électronique et Mécanique) (20 instruments jusqu'en 1967) se lanceront dans cette aventure.**

**La France à cette époque c'est surtout l'aventure de la  
microanalyse X par sonde électronique autour de  
Raimond Castaing (1921 – 1998)**



**Raimond Castaing  
(1921 – 1998)**

**Raimond Castaing, jeune agrégé de physique,  
est entré à l'ONERA en Janvier 1947 comme  
« ingénieur de petites études ».**

**L'ONERA dispose à l'époque de 2 microscopes  
électroniques en transmission dont un RCA  
dédié à l'étude des zones GP  
(« Guinier-Preston »).**

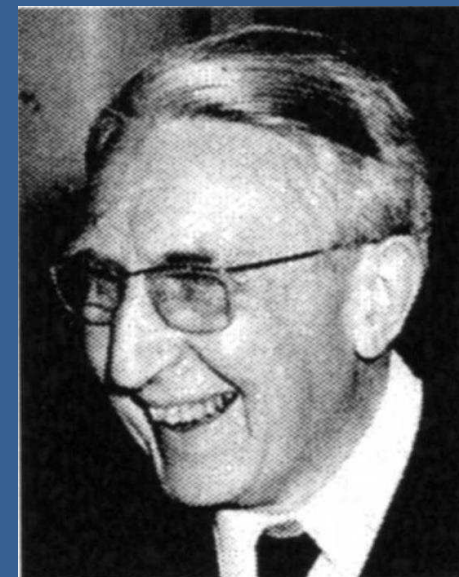


**(1951)**

**André Guinier(\*)**, grand spécialiste de la radiocristallographie, lui propose comme sujet de thèse la possibilité d'analyse locale avec un faisceau d'électrons et détection des rayons X .

*Castaing avouera par la suite “ j'ai répondu aussitôt que cela me semblait facile à réaliser et que je serais surpris que personne ne l'ai réalisé auparavant ”.*

*Ce qui n'était pas complètement faux puisque James Hillier avait déposé dès 1947 un brevet pour un microanalyseur !*



**André Guinier  
(1911 – 2000)**

*(\*) André Guinier, né à Nancy en 1911, a donné son nom aux zones dites « GP », zones de concentration d'un des éléments de certains alliages. Après sa thèse en 1939, à l'Ecole Normale Supérieure, il crée un laboratoire de recherches au CNAM tout en collaborant avec l'ONERA.*

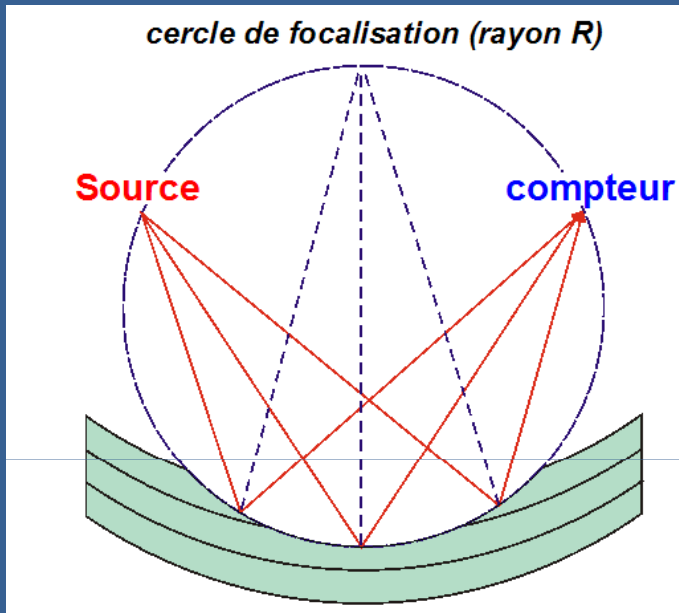
*Il rejoint dans les années 50 la faculté des sciences de Paris où il devient professeur de physique. En 1960 il participe à la création de l'Université D'Orsay dont il prend la direction. Il fonde le Laboratoire de Physique du Solide avec Jacques Friedel et Raimond Castaing. Il est élu en 1971 à l'Académie des Sciences.*

**R. Castaing effectuera des essais préliminaires avec un tube à rayons X et constatera que seulement quelques coups par seconde sont engendrés.**

**On lui confie un microscope en transmission CSF pour réaliser son prototype, bien que doté de lentilles électrostatiques à fortes aberrations.  
(Rare privilège qui ne serait plus envisageable aujourd'hui en raison du coût de l'instrument !)**

- ***“ Au début de 1949, j'ai été fier d'avoir réussi à former un faisceau d'environ un micron et de quelques millièmes de microampère. Il existait des publications indiquant que des faisceaux de deux cents Angströms avaient été obtenus, mais je n'étais pas loin de penser que leurs auteurs mentaient ... ” (R. Castaing)***

Pour pouvoir analyser le spectre X engendré par le faisceau électronique, André Guinier lui prête un cristal de quartz courbé et usiné selon le mode « Johansson », qu'il monte sur un spectromètre focalisant à cristaux courbes.



Cristal monochromateur  
de type « Johansson »

Spectromètre WDS réalisé  
à l'ONERA selon des  
indications de Raimond  
Castaing



En 1949 il obtient une émission X caractéristique engendrée par un faisceau de  $1 \mu\text{m}$  et de  $4 \text{ nA}$ .

Raimond Castaing soutient sa thèse le 8 juin 1951 :  
« Applications des sondes électroniques à une méthode d'analyse ponctuelle,  
chimique et cristallographique »

Dans cette thèse figure, non seulement le principe de l'instrument mais aussi toutes les bases de la microanalyse !

Concernant l'instrumentation :

- depuis l'alignement de la colonne jusqu'aux aberrations des lentilles et leur corrections
- la taille de faisceau optimale en fonction du courant (ce travail est toujours exploité par quasiment tous les constructeurs)

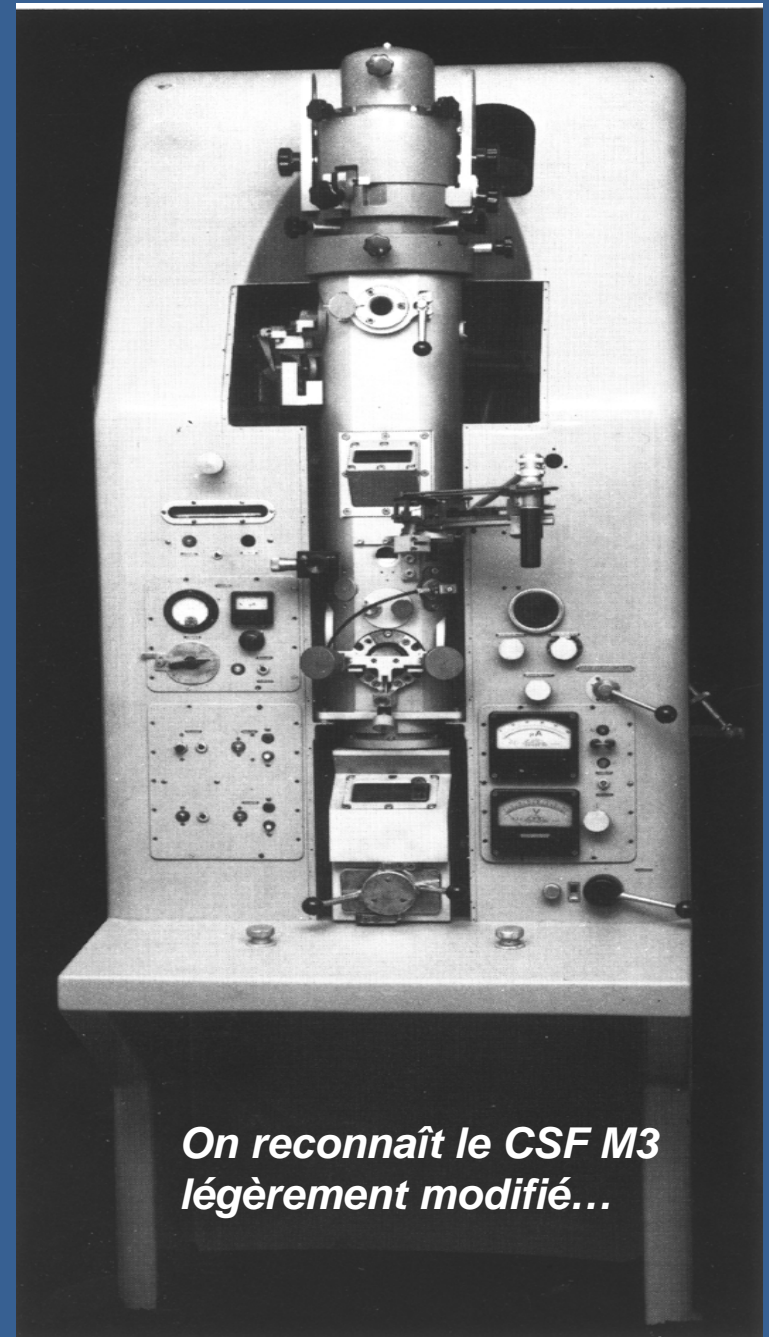
- la modélisation de l'émission X

- les bases physiques des calculs de correction

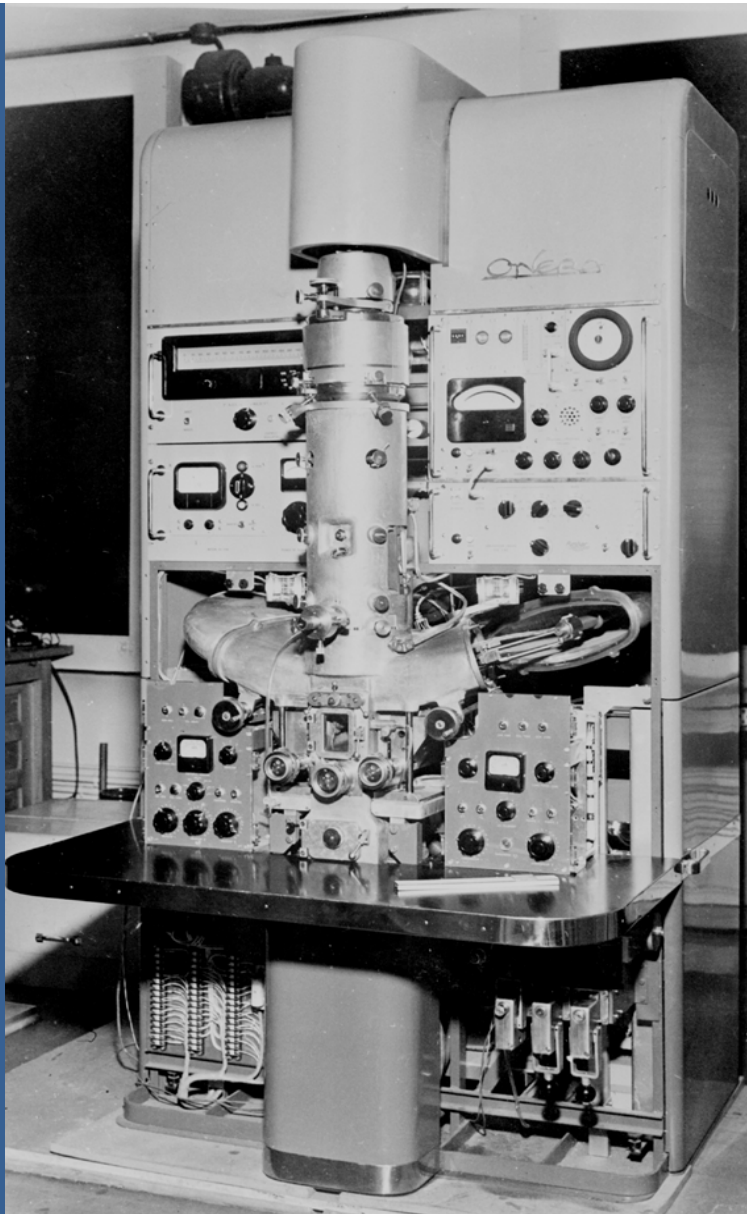
- des applications à la métallurgie à la cristallographie (diagrammes de Kossel) ; on trouve dans la thèse des fonctions qui sont toujours utilisées :

$\phi(\rho z)$ ,  $f(\chi)$ ,  $\text{cosec}(\theta)$

- pour la première fois on accède à des concentrations absolues, sans utiliser des courbes de calibrage empiriques



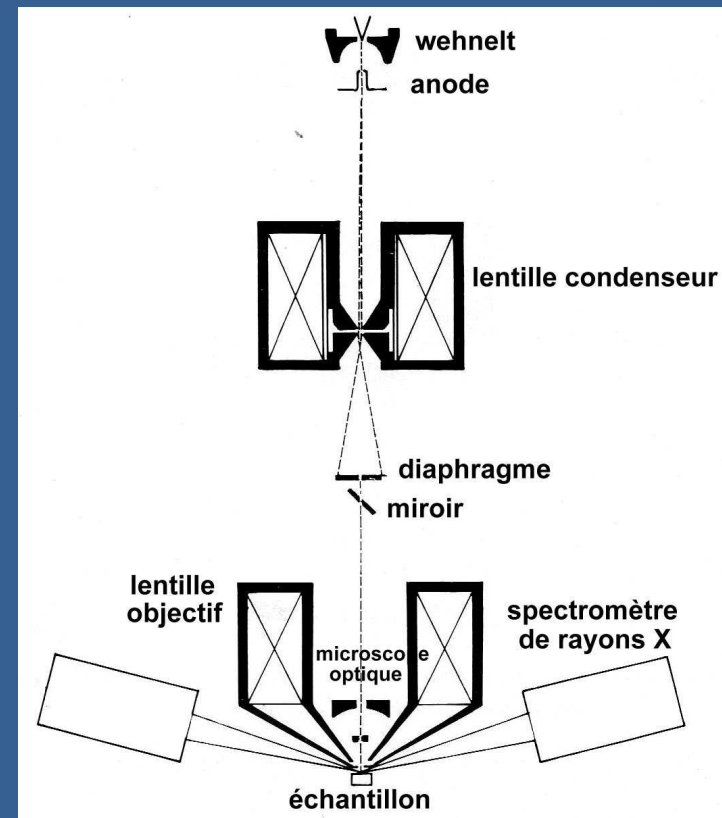
*On reconnaît le CSF M3 légèrement modifié...*

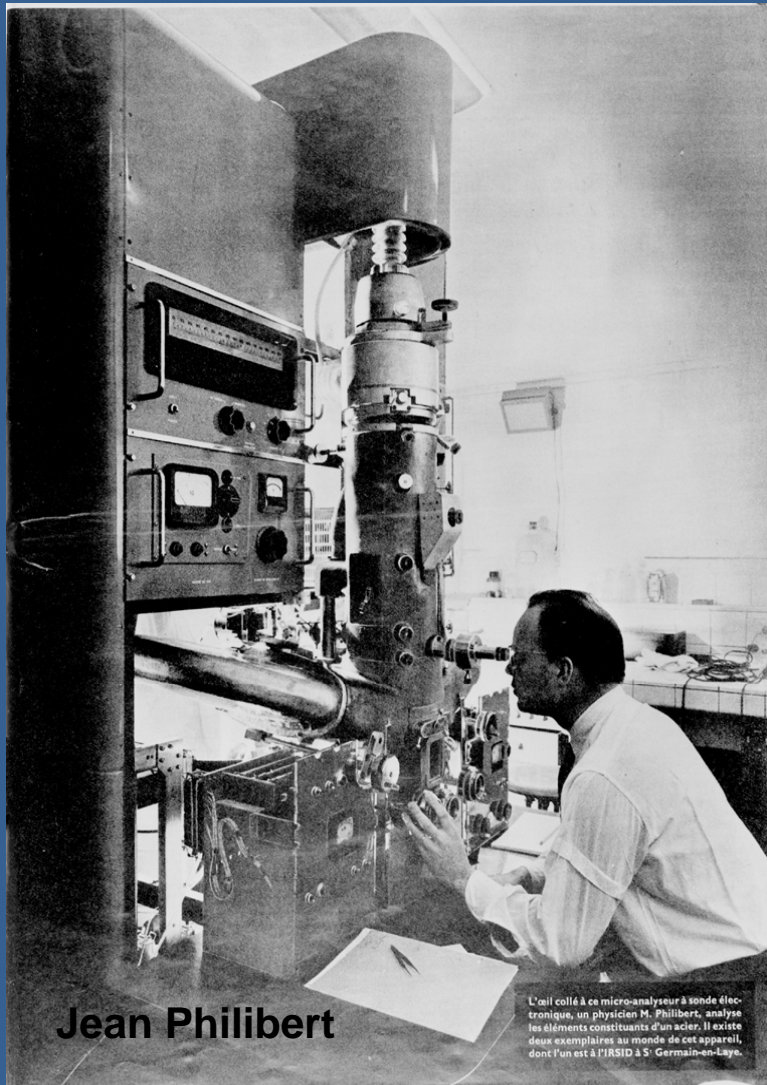


Le prototype de la microsonde de Castaing

André Guinier va convaincre l'IRSID que :  
*“l'analyse quantitative est possible, avec une précision de 1 ou 2% sur une quantité de matière aussi faible que  $10^{-11}$  g. Des inclusions de quelques microns peuvent être analysées”*

et donc de financer la fabrication d'un prototype...





Jean Philibert

Avec l'aide de l'excellente équipe technique de l'ONERA, le premier instrument fut présenté en juillet 1955 lors de l'exposition de physique à la Sorbonne.

Ce 1<sup>er</sup> prototype sera installé à l'IRSID de Saint Germain en Laye (dirigé par Charles Crussard) et confié à Jean Philibert. En parallèle, un 2<sup>ème</sup> prototype est réalisé à l'ONERA.

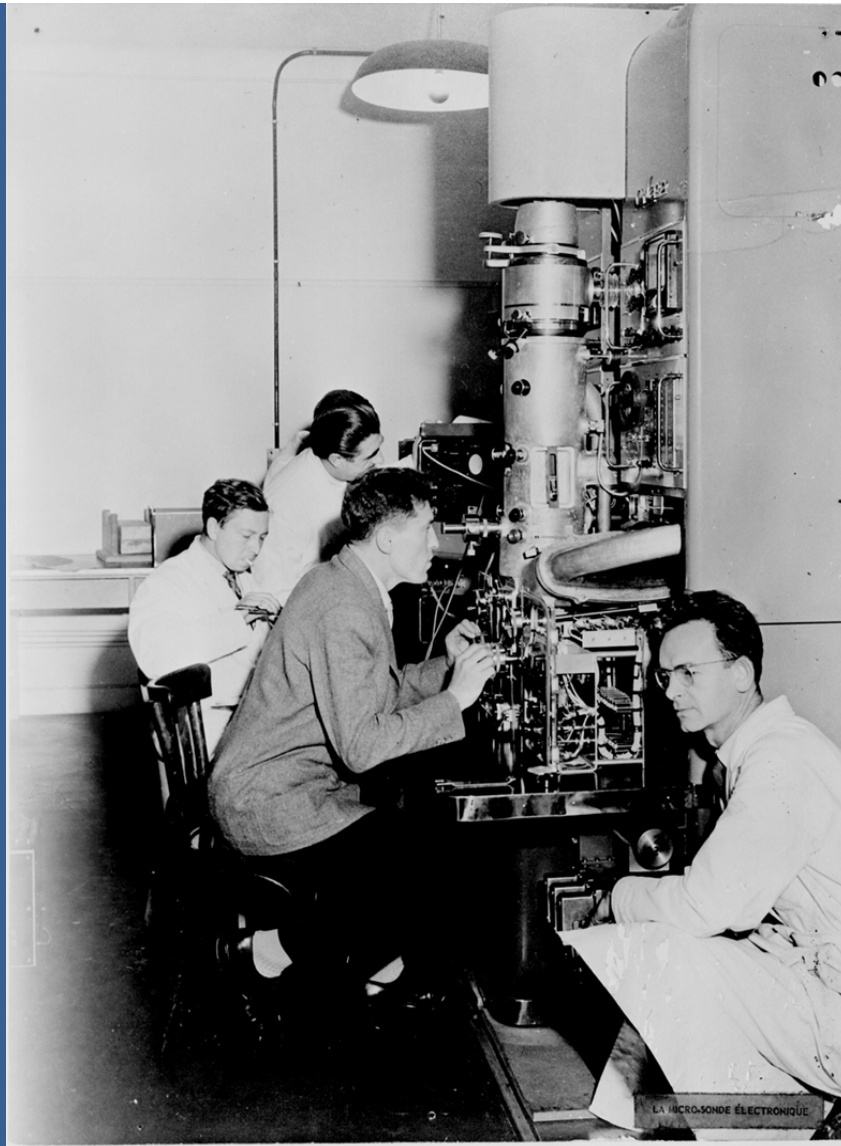


J. Philibert



R. Tixier

Jean Philibert développera au début des années 60, à partir de la thèse de Castaing, les bases de la méthode ZAF qu'il poursuivra à partir de 1966 avec Roland Tixier.

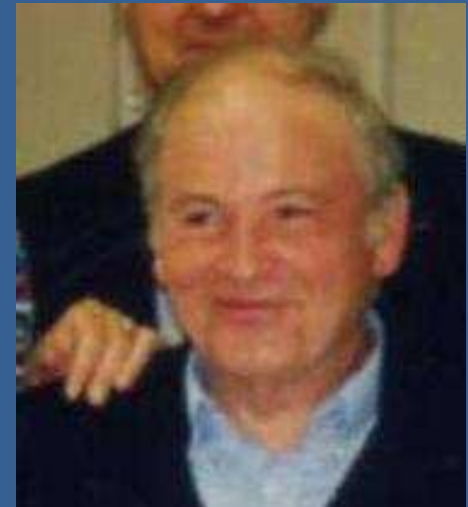


**Voici Raimond Castaing en plein travail sur son instrument.**

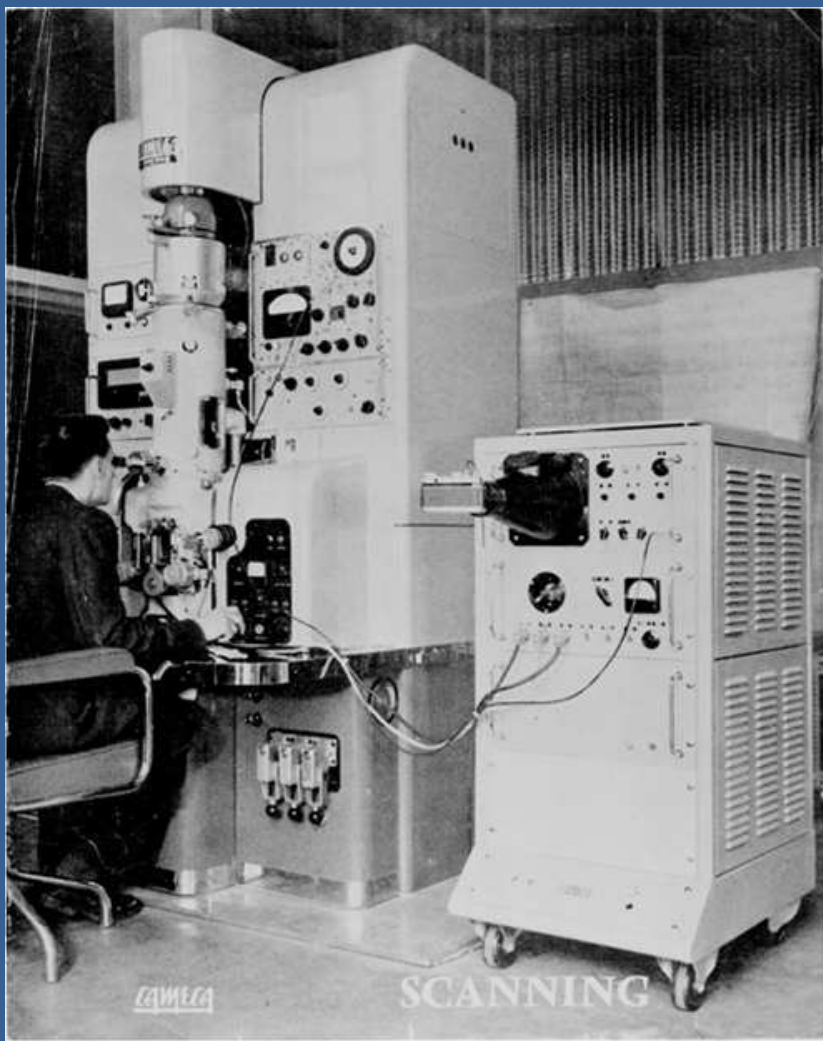
**On peut reconnaître juste derrière lui Jacques DESCAMPS avec lequel il développera la méthode du traceur afin de déterminer la forme des courbes  $\Phi(\rho z)$ , qui représentent la distribution de l'ionisation en profondeur (selon la définition qu'en a donnée Castaing dans sa thèse).**

**Il poursuivra par la suite ces mesures avec Jean HENOC du CNET.**

**Jean Hénoc**



***Une des particularité de cette microsonde réside dans un microscope optique à objectif à miroirs, de type Cassegrain, placé dans la lentille finale et qui a été imaginée par Raimond Castaing et Georges Nomarski de l'Institut d'Optique. Non brevetée, cette innovation a pu être largement copiée par les constructeurs concurrents.***



Celle-ci sera commercialisée en 1958 par CAMECA(\*) sous le nom de MS85 en France et MS58 aux USA.

29 instruments seront construits entre 1958 et 1964 (et à laquelle succéderont la MS46, les différentes versions du Camébox, le SX50 et enfin le SX100 en 1995)

5 instruments seront construits dès 1958. L'un sera acquis par le CEA/ SRMP (service de recherche en métallurgie physique) dirigé par Yves ADDA et confié d'abord à Alexis KIRIANENKO, puis après son décès à Françoise MAURICE. Les autres seront livrés à International Nickel aux USA, au CNET, au CEA-DAM et au BRGM.

Françoise  
Maurice



Parmi les pionniers de la microanalyse, citons également en biologie Pierre GALLE (hôpital Necker puis le CHU de Créteil).

(\*) *Compagnie d'Applications Mécanique à l'Electronique, au Cinéma et à l'Atomistique. Filiale de la CSF, fondée en 1929 sous le nom de « Radio-Cinéma » elle devient Cameca en 1954.*

CAMECA MS46



Caméca MS46  
(1964 – 1974)

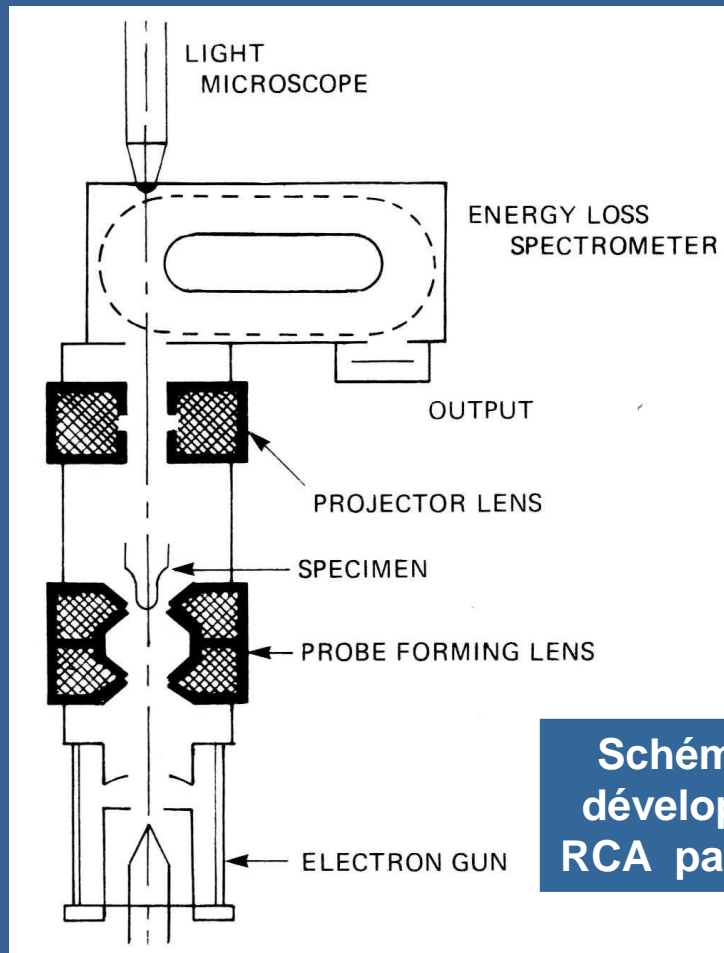
Caméca Camebax  
(1974 – 1986)



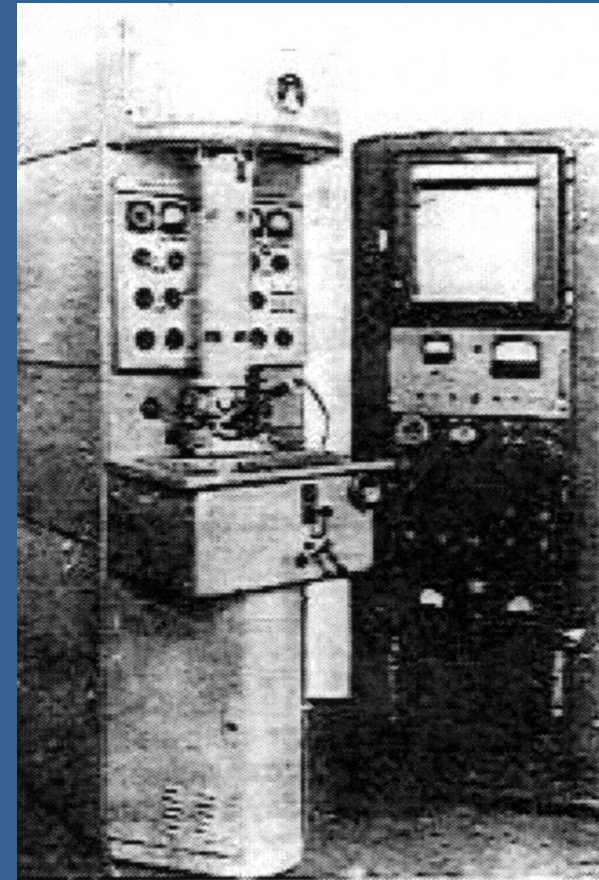
*Notons que Castaing était avant tout un microscopiste et qu'il n'aimait pas beaucoup l'imagerie par balayage ! Il faudra un peu de temps pour que les microsondes Cameca soient enfin équipées d'un dispositif de balayage (mécanique) ! Ce dédain pour l'imagerie par balayage le conduira au développement de la microscopie ionique avec Georges Slodzian.*

**D'autres chercheurs dans le monde travaillaient déjà sur le développement de cet instrument :**

- aux USA : James Hillier chez RCA, puis David Witry
- en URSS : I.E. Borowsky
- en Grande Bretagne : V. E. Cosslett (1908-1990), Tom Mulvey, Peter Duncomb ...



**Schéma du microanalyseur développé à partir d'un TEM RCA par Hillier et Baker (1944)**



**la RSAIII-2 de Borowsky (1951)**

En 1960, 12 modèles de microsondes existent, certaines ayant été réalisées localement par une équipe pour les besoins propres d'un laboratoire, sans but commercial.

Cette année là, ARL commercialise l'EMX à 4 ou 6 spectromètres et avec un angle d'émergence de  $52,5^\circ$ . Et de son côté, Cambridge commercialise le Microscan.

ARL EMX



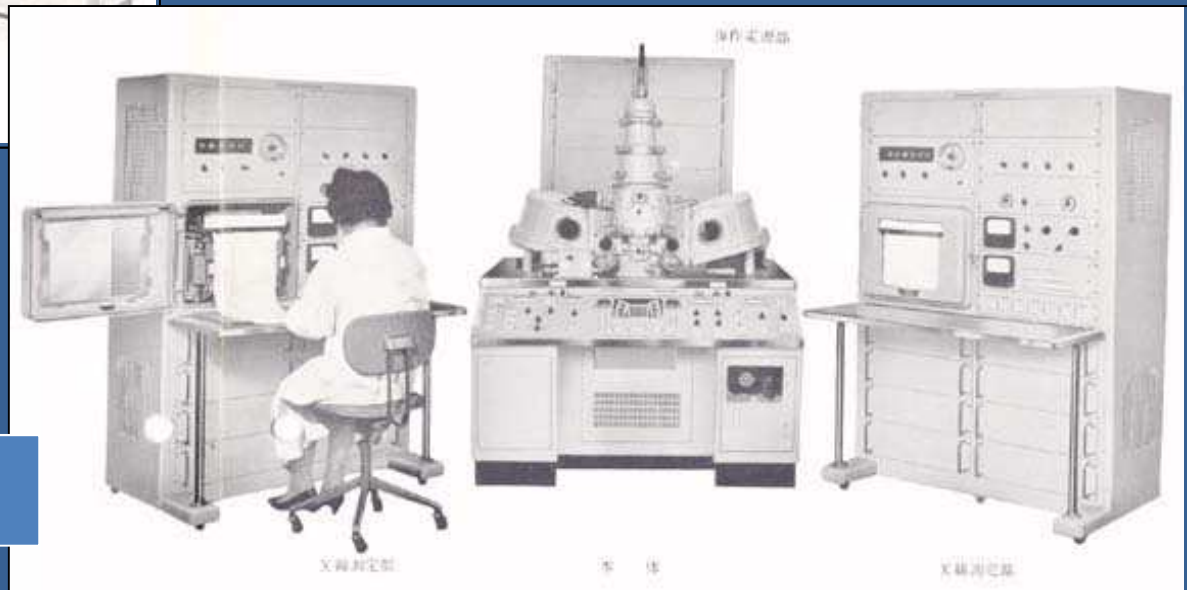
Cambridge « Microscan »  
(1960)

En 1961, Jeol construit un prototype de microsonde qui sera suivi en 1965 par le premier appareil commercial le JXA-2A (très proche de la MS85).



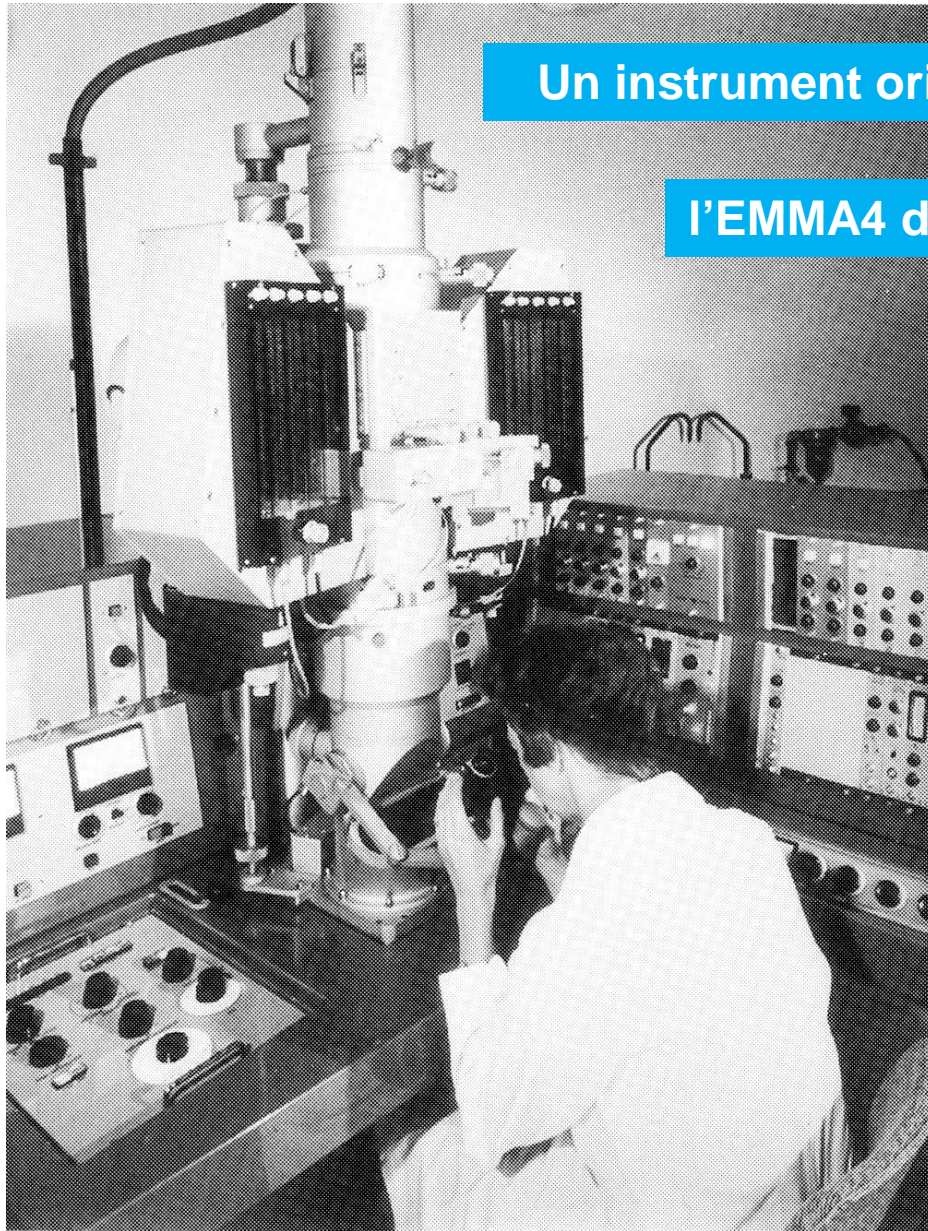
Le prototype : JEOL JXA 1A

L'instrument : JXA-2A

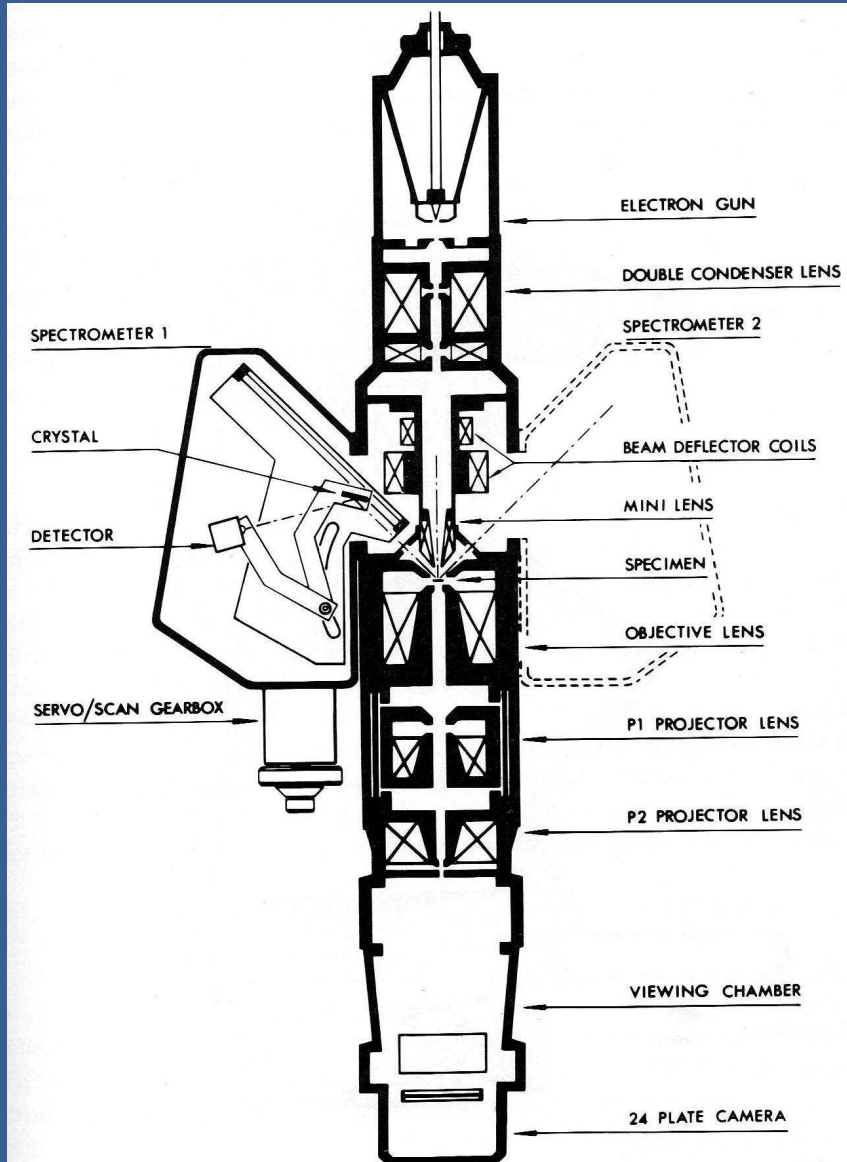


Un instrument original qui n'aura pas de descendance

l'EMMA4 de Peter Duncomb (1969)



un TEM équipé de 2 spectromètres  
WDS...



## Et le MEB ?

Entre 1944 et 1946, André Léauté (1882-1960) qui croit en l'avenir de la microscopie électronique à balayage dans le domaine de la métallurgie, (en particulier pour l'étude de la microfractographie) va travailler à l'Ecole Polytechnique sur la conception d'un microscope à balayage.

Le premier instrument utilise une simple plaque pour la détection des électrons secondaires mais en 1946 il utilisera un capteur à multiplicateur d'électrons.

Faute de crédit, ses recherches sont interrompues.

*Cependant un de ses élèves, François Davoine, qui a étudié l'influence des contraintes et de l'écroutissage sur l'émission électronique secondaire va poursuivre ses travaux dans le cadre de sa thèse à l'Université de Lyon, sur « l'émission électronique secondaire des métaux soumis à des contraintes mécaniques » (Université de Lyon, 1958), ce qui le conduira à construire son propre microscope à balayage.*

N° d'ordre 232.

# THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

**FRANÇOIS DAVOINE**

ATTACHÉ DE RECHERCHES AU C. N. R. S.

*Première Thèse :*

## ÉMISSION ÉLECTRONIQUE SECONDAIRE DES MÉTAUX SOU MIS A DES CONTRAINTES MÉCANIQUES

*Deuxième Thèse :*

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

*Soutenues le 18 Janvier 1958 devant la Commission d'examen.*

MM. G. DÉJARDIN.....	<i>Président.</i>
R. BERNARD.....	} <i>Examinateurs.</i>
C. EYRAUD.....	
P. GRIVET.....	
C. BRACHET.....	

LYON

1957

**François Davoine  
(1928 – 1994)**





## *Qui était François Davoine ?*

*Elève de André Léauté à l'école polytechnique, il devient Maître de conférence puis Professeur à l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (INSA), de 1956 à 1966 ; il enseignera également à l'Université Laval au Québec de 1965 à 1966.*

*Il deviendra de 1966 à 1971 Directeur de l'Ecole des Mines de Nancy.*

*Puis il sera attaché scientifique à l'ambassade de France à Ottawa jusqu'en 1974, puis à l'ambassade de France à Washington jusqu'en 1977.*

**A son retour il prendra la chaire de structure de la matière au CNAM, présidera la Commission de la Recherche Scientifique et devient conseiller scientifique au ministère des affaires étrangères.**

***Il décède en 1994***

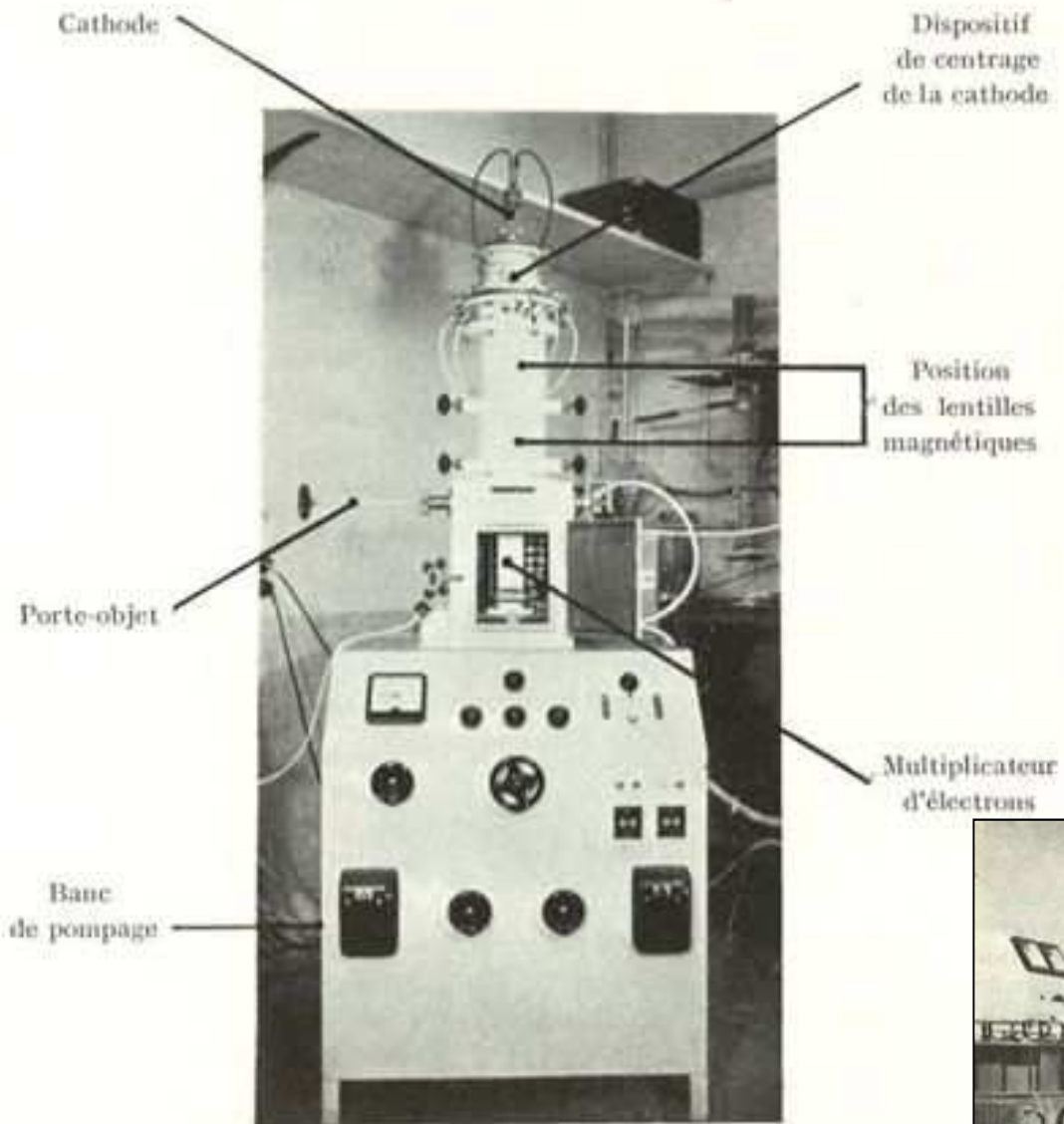
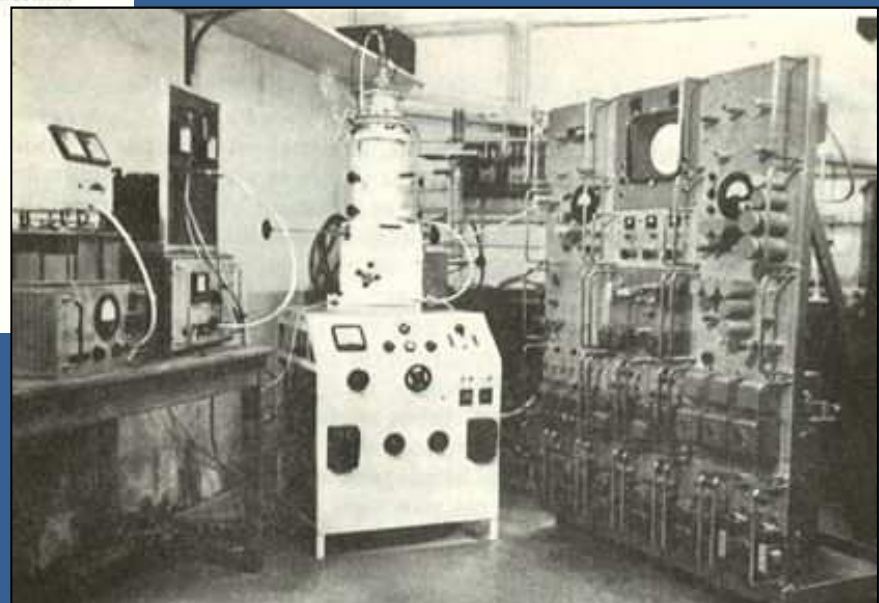
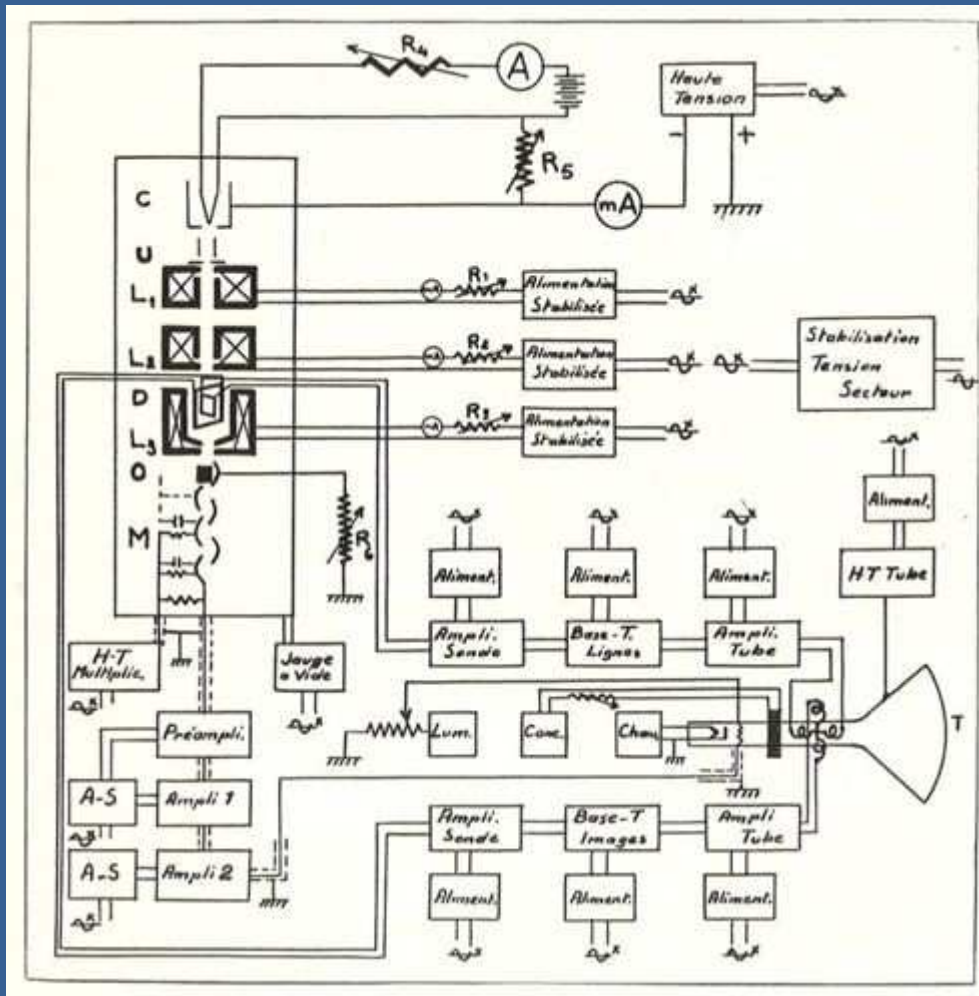


FIG. 60.  
Alliage WC-Co. ( $\times 500$ ) Énergie des primaires : 1500 V.  
Incidence normale.

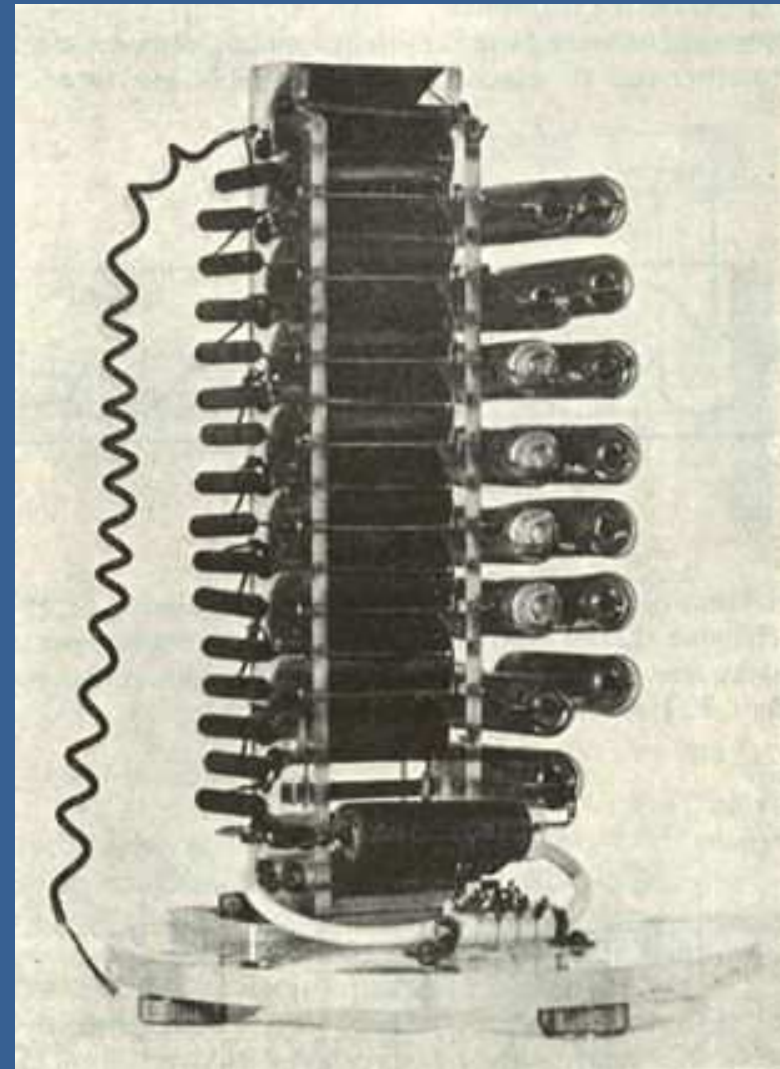


## Le MEB de F. Davoine



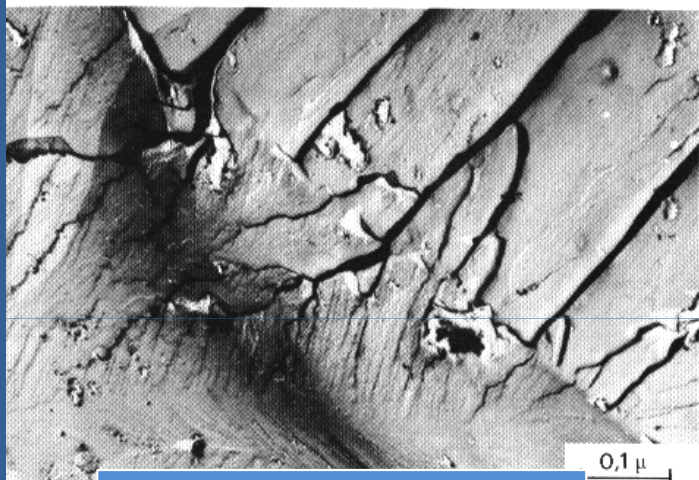
La détection des électrons secondaires se fait directement à l'aide de tubes photomultiplicateurs.

Ce MEB n'aura aucune suite commerciale !



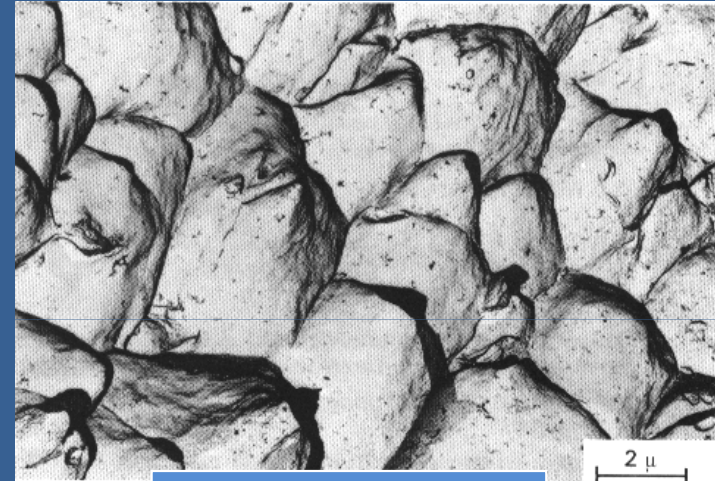
## 2<sup>ème</sup> partie : 1965 - 2010

Malgré l'échec commercial annoncé, le MEB, dès son apparition suscite chez les métallurgistes (*comme l'avait pressenti A. Léauté*) un engouement qui ne se démentira jamais par la suite...

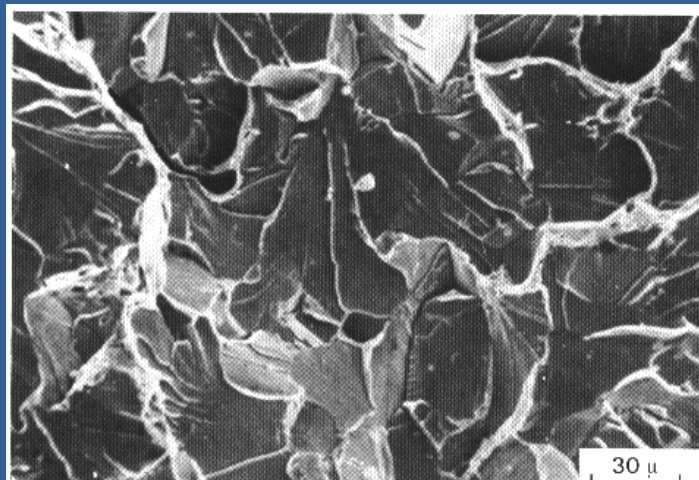


Rupture par clivage

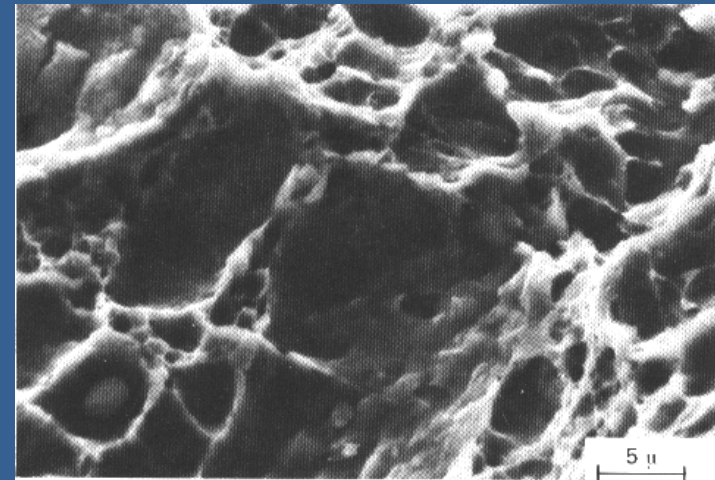
TEM



Rupture ductile



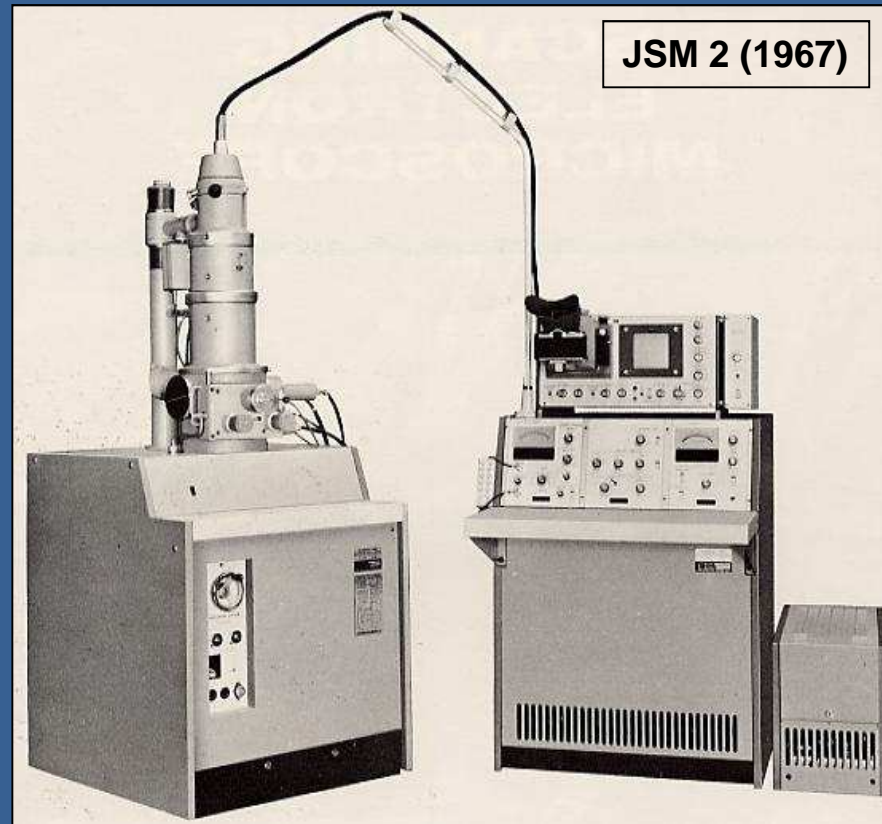
MEB



**Très vite de nouveaux instruments apparaissent...**



*6 mois après Cambridge, JEOL commercialisait son JSM 1 (1966) puis le JSM 2 (1967)*



*et bien d'autres suivront...*

En Grande Bretagne : Camscan, VG,

En Allemagne : Siemens, Zeiss,

Aux Pays Bas : Philips,

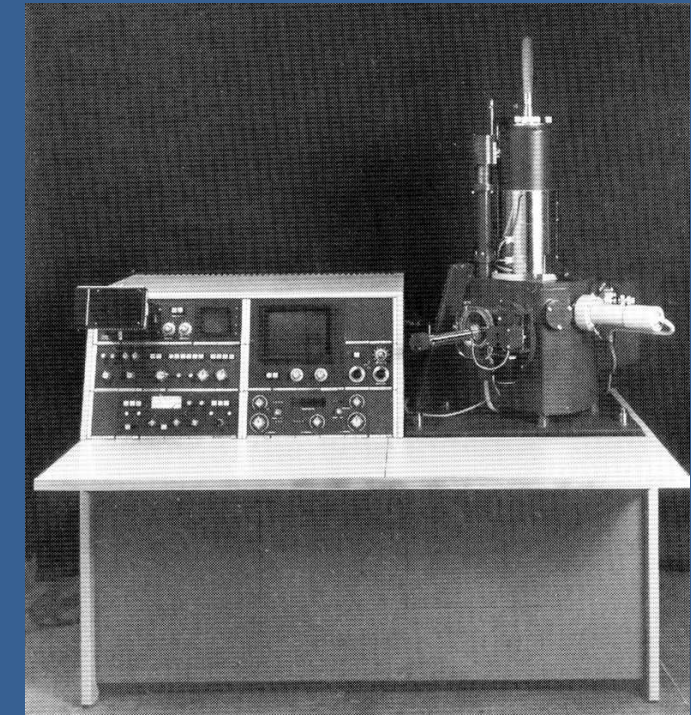
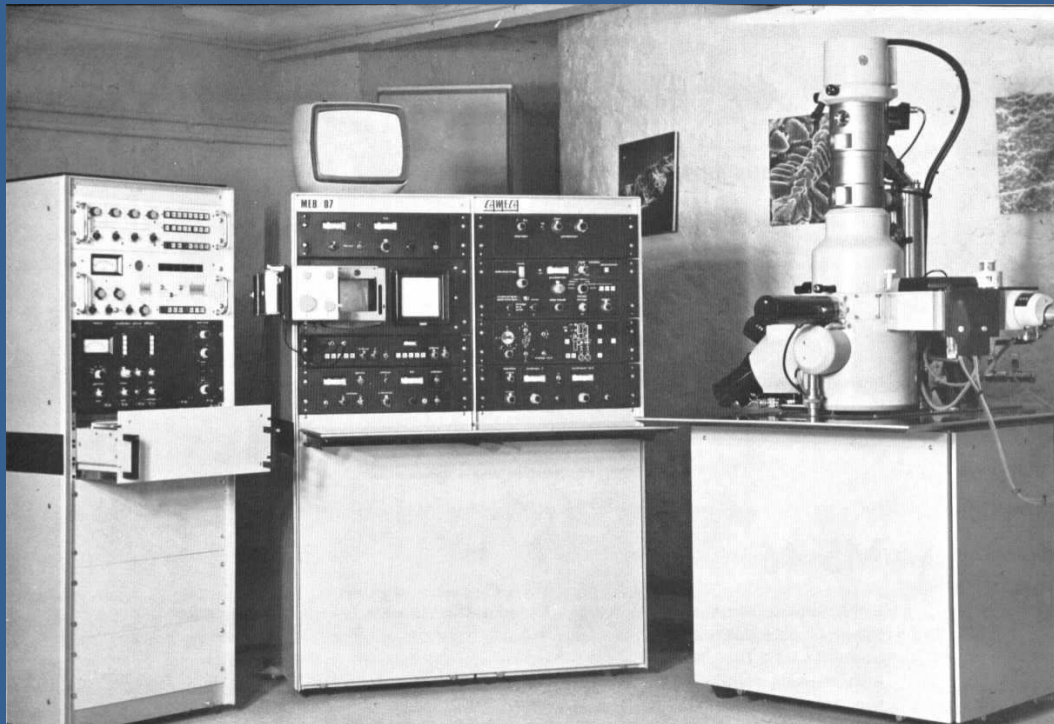
Au Japon : Jeol, Hitachi, ISI, Shimadzu...

En France : Cameca,

En Tchéquie : Tesla, Tescan,

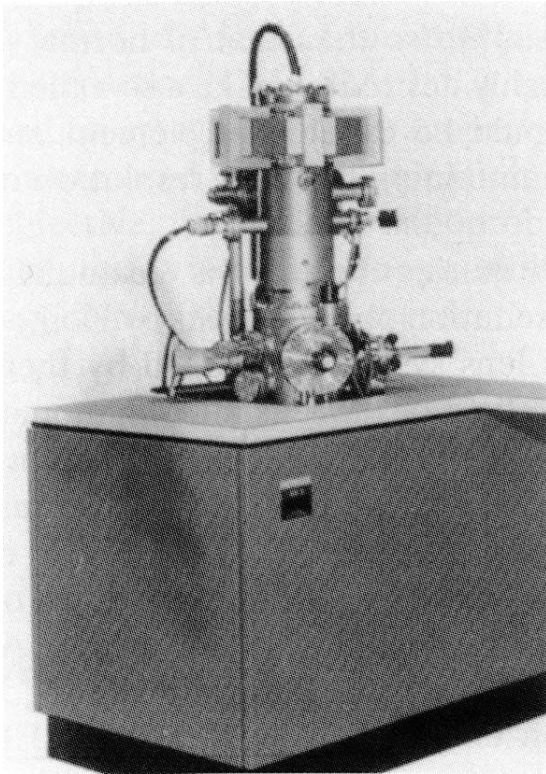
Aux USA : ARL, ETEC, Coates&Welter, Amray...

URSS : Sumy

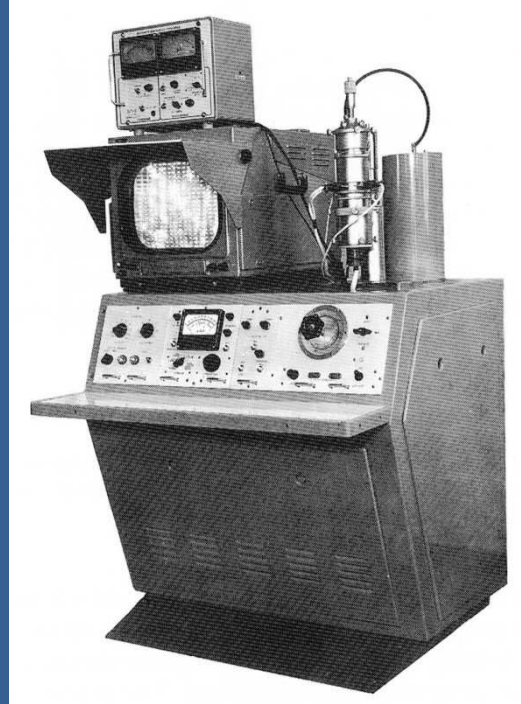


**Philips PSEM 500  
(1972)**

**CAMECA MEB07 (1970 - 1973)**



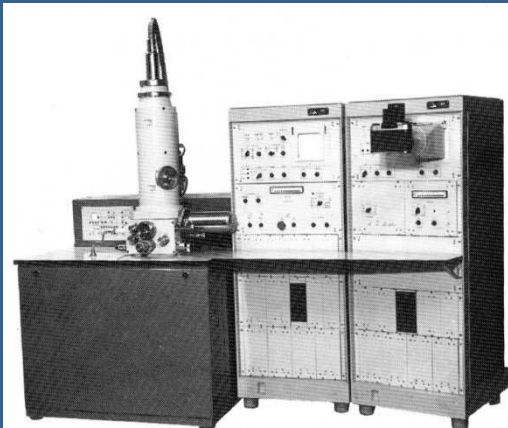
**Hitachi HFS2 (1973)**  
**1<sup>er</sup> MEB FEG Hitachi**



**Coates & Welter**  
**MEB FEG (1972 ?)**



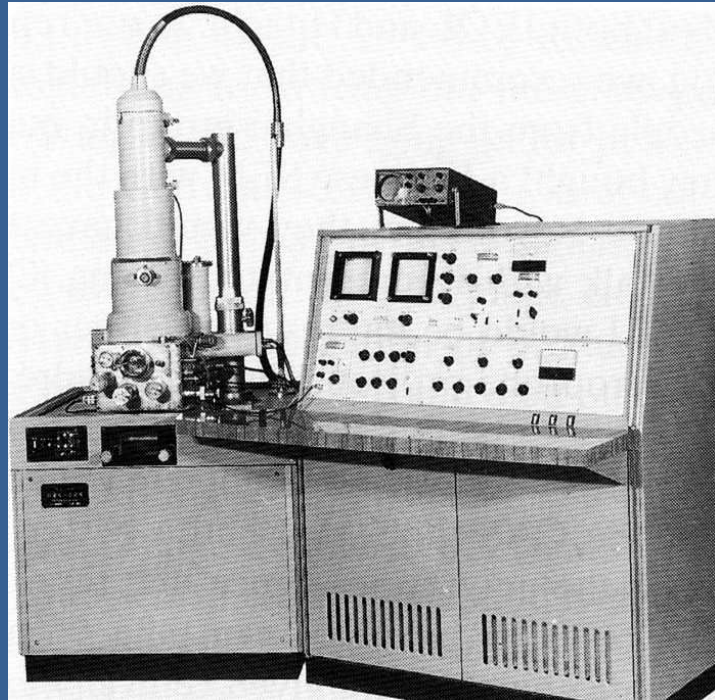
**Tesla BS300 (1977)**



**Sumy REMN1**  
**(URSS - 1967)**

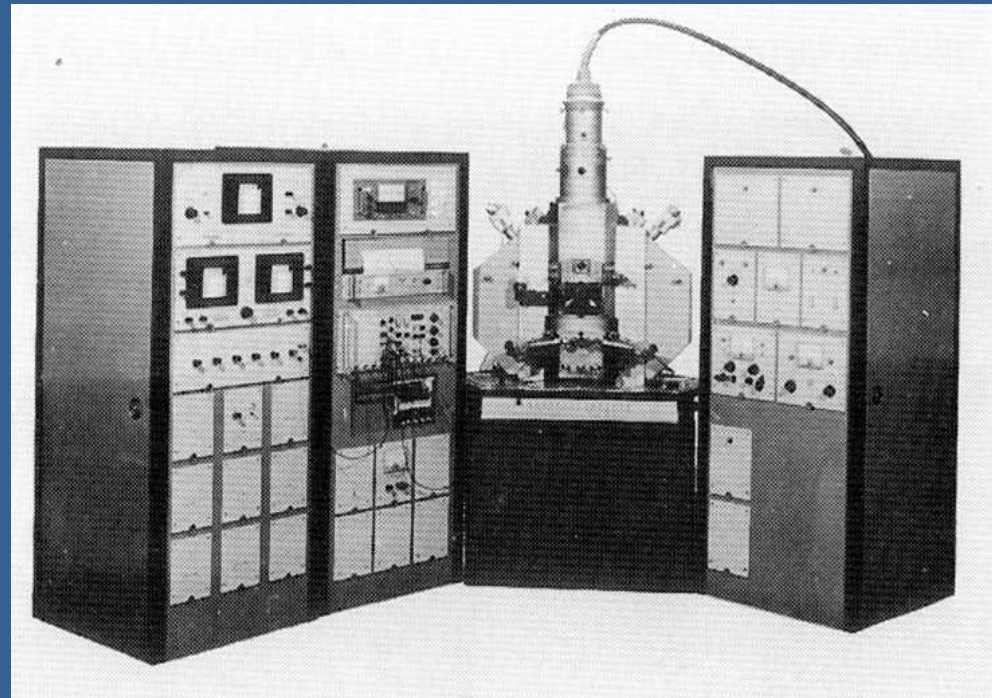
**Sumy REM200**  
**(URSS - 1974)**

*Sans oublier la Chine...*



**KYKY DX3 (1975)**

**Nanjing XD1 (1976)**  
*microsonde*



*De 1965 à 2010 de nombreuses innovations vont perfectionner et multiplier les possibilités des MEB...*

**1968 : Introduction de la microanalyse par EDS**

*années 80*

*microscopie électronique à balayage numérique :*

*1 – par un dispositif extérieur (ex le « Crystal » de Quantel MicroConsultant )*

*2 – par la numérisation directe des MEB*



**Zeiss DSM 950 (1985)**  
**1<sup>er</sup> MEB numérique**



**Stereoscan S360 (1985)**  
**1<sup>er</sup> MEB numérique de Cambridge**

*Un design encore très proche des MEB analogiques...*

Pour arriver à un dépouillement complet avec l'arrivée des MEB sous Microsoft Windows© ...

Philips XL30  
1<sup>er</sup> MEB sous windows  
(fin 80)



*Depuis les constructeurs ont progressivement réintroduit des consoles permettant la commande manuelle des principales fonctions du MEB !*



1990

*microscopie environnementale  
et à pression contrôlée  
(ESEM, LV-SEM)*

*A la suite aux travaux de Danilatos*

L'instrument sera commercialisé à la fin des années 80 par une petite société américaine, Electroscan, qui sera rachetée dans les années 90 par Philips.

L'Electroscan  
1<sup>er</sup> MEB ESEM  
(fin 80)



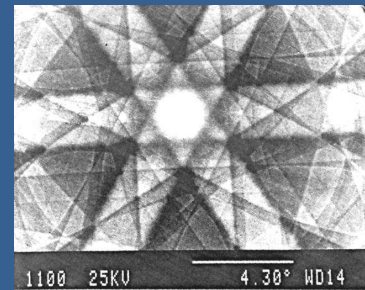
1990

*microscopie électronique  
à balayage  
haute résolution (FEG-SEM)*

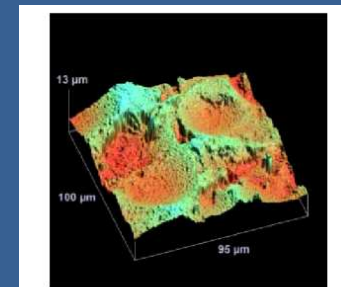


1995-2000

EBSD



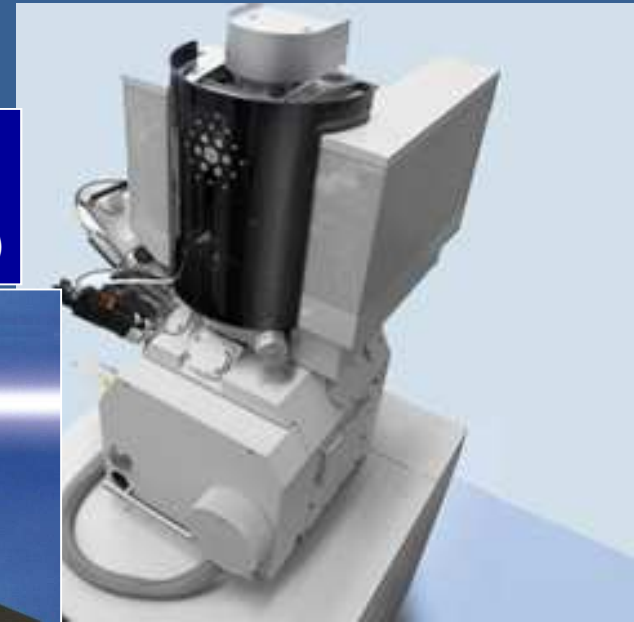
imagerie 3D



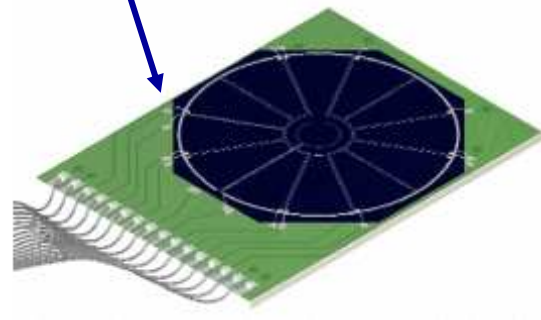
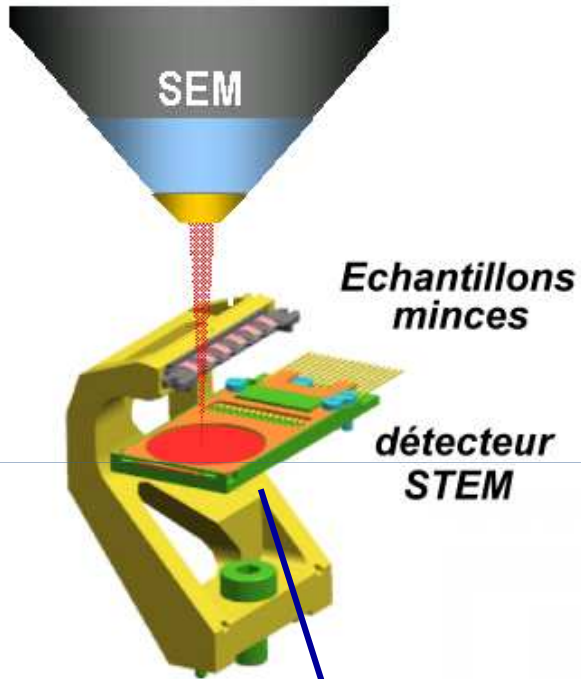
Aluminium surface after shot-peening.  
Mag: 900 · Stereo pair -10°, +10° · Acquisition: 1024 x 1024 pixels

2004

*microscopie électronique  
à balayage  
à double colonne (MEB-FIB)*



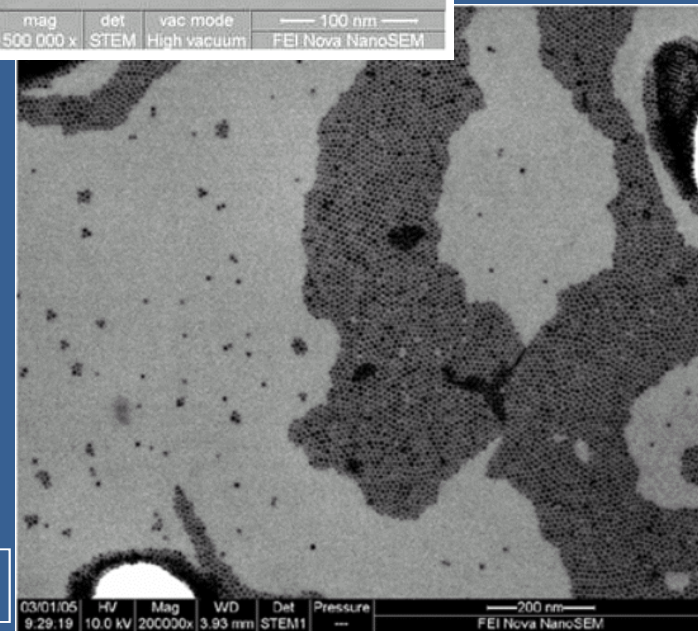
**2005 : MEB-STEM :  
détection des électrons  
transmis en MEB**



**particules de  $MnFe_2O_4$**



**nanotube de C**



2006 :  
Les MEB « de table »



HITACHI  
TM1000/Swift-ED



Agilent 8500FE-SEM



HIROX SH-1500



FEI PHENOM



Jeol JCM 5000 NeoScope

**En 2010, 45 ans après l'arrivée du 1<sup>er</sup> MEB  
voilà où nous en sommes arrivés !**

***Mais ces nouveaux instruments,  
comment ça marche ?***

***C'est ce que nous allons pouvoir apprendre  
durant ces 2 jours !***

***Bonnes journées !***

**Un peu de bibliographie...**

<http://www2.eng.cam.ac.uk/~bcb/semhist.htm>

**Bernie Breton : *The Early History and Development of The Scanning Electron Microscope***

**K C A Smith : *Charles Oatley : Pioneer of scanning electron microscopy***

**D. McMullan : *Scanning Electron Microscopy 1928 - 1965***

**D. McMullan : *Scanning Electron Microscopy 1928–1965*  
SCANNING Vol. 17, 175–185 (1995)**

**Peter Hawkes : *advances in imaging and electron physics : the growth of electron microscopy*  
Vol 96 Academic Press (1996)**

**Peter Hawkes : *Recent advances in electron optics and electron microscopy*  
Annales de la Fondation Louis de Broglie, Volume 29, Hors série 1, 2004**

**Emmanuel de Chambost – « *histoire de Cameca (1954-2009)* »  
Autoédition (2010)**

[http://siteedc.edechambost.net/Histoire\\_de\\_Cameca/Histoire\\_de\\_Cameca.html](http://siteedc.edechambost.net/Histoire_de_Cameca/Histoire_de_Cameca.html)