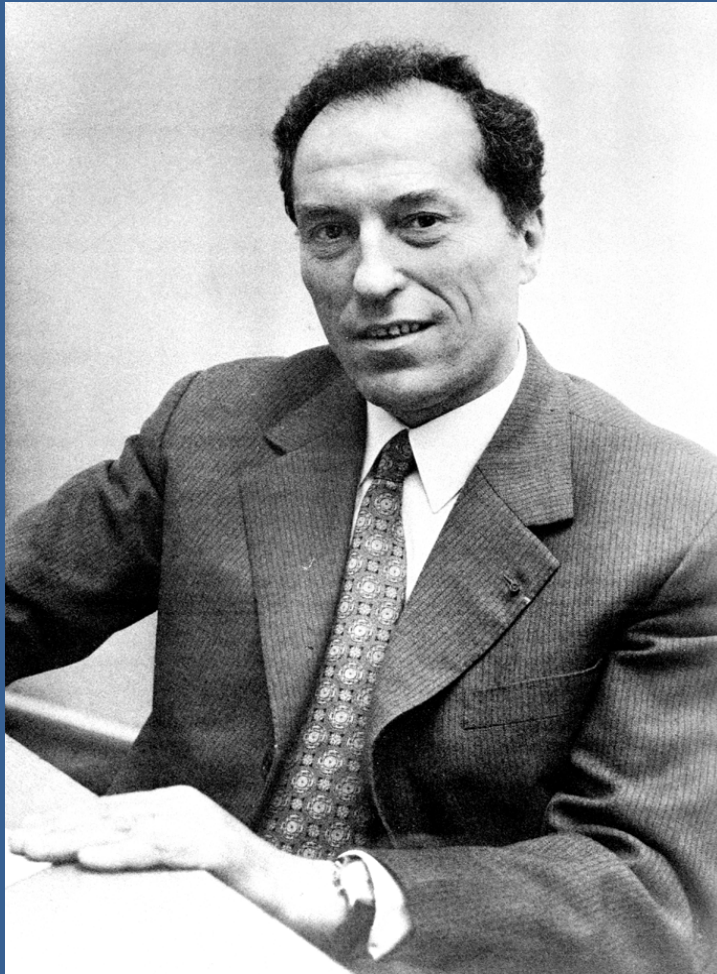


Petite histoire de la microanalyse

Par François Grillon, complété par Jacky Ruste

RAIMOND CASTAING (1921 – 1998)

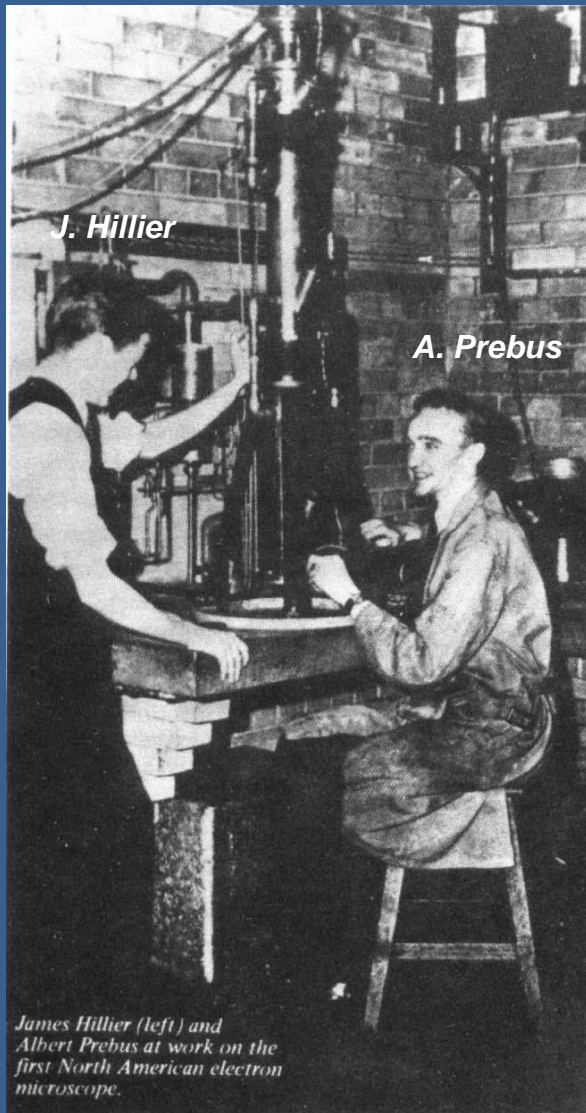


Raimond Castaing est entré à l'ONERA en Janvier 1947 comme « ingénieur de petites études » sous la responsabilité d'André Guinier, grand spécialiste des rayons X.

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

André Guinier lui propose comme sujet de thèse la possibilité d'analyse locale avec un faisceau d'électrons et détection des rayons X .

Castaing dira plus tard “ j'ai répondu aussitôt que cela me semblait facile à réaliser et que je serais surpris que personne ne l'ai réalisé auparavant ”.



J. Hillier

A. Prebus

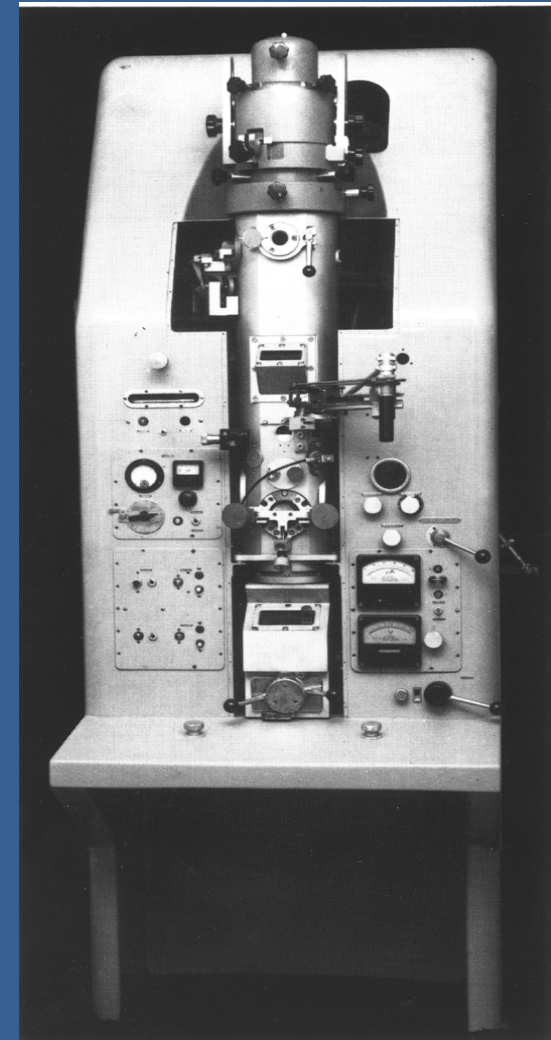
*James Hillier (left) and
Albert Prebus at work on the
first North American electron
microscope.*

D'autres chercheurs dans le monde travaillaient déjà sur cette question :

- James Hillier aux USA
- Borovsky en URSS
- Cosslett en Grande Bretagne...

R. Castaing va utiliser un microscope en transmission CSF pour réaliser son prototype, bien que doté de lentilles électrostatiques à fortes aberrations. .

Il va adapter ce microscope afin de pouvoir obtenir des faisceaux électroniques fins et de fortes intensités...



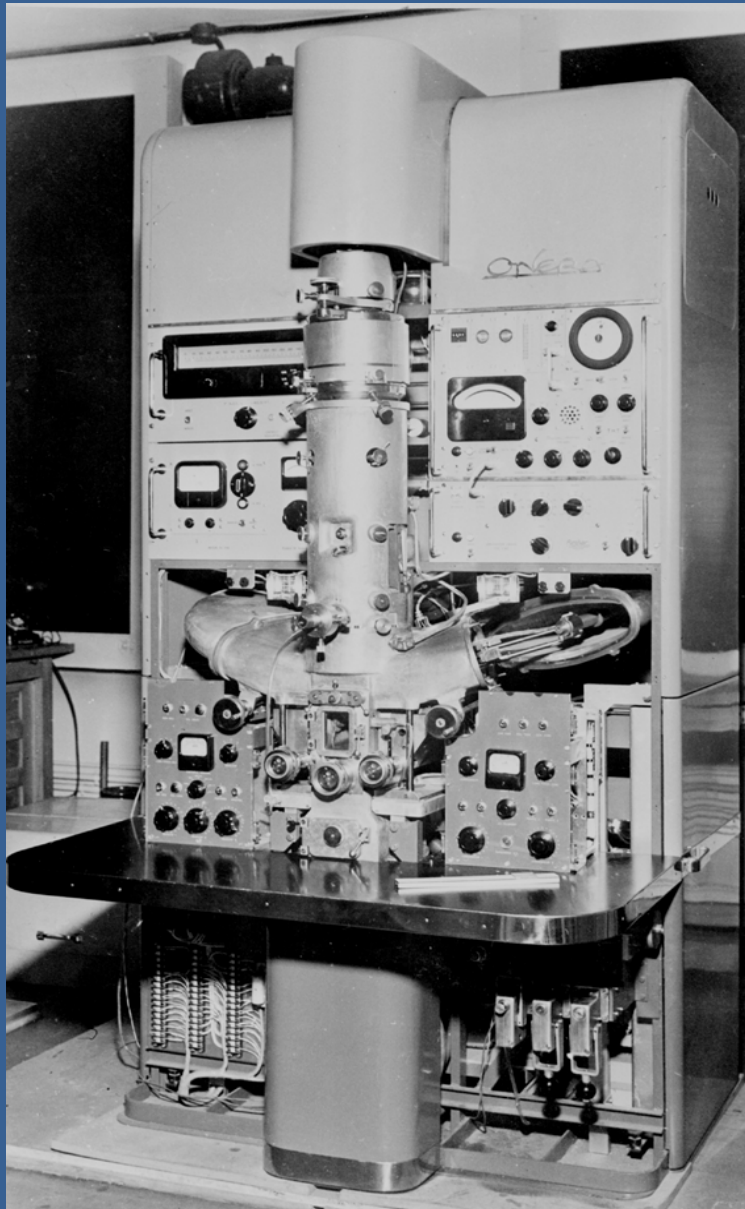
- “ Au début de 1949, j’ai été fier d’avoir réussi à former un faisceau d’environ un micron et de quelques millièmes de microampère. Il existait des publications indiquant que des faisceaux de deux cents Angströms avaient été obtenus, mais je n’étais pas loin de penser que leurs auteurs mentaient ...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

En 1949 il obtient une émission X caractéristique engendrée par un faisceau de 1 μm et de 4 nA.

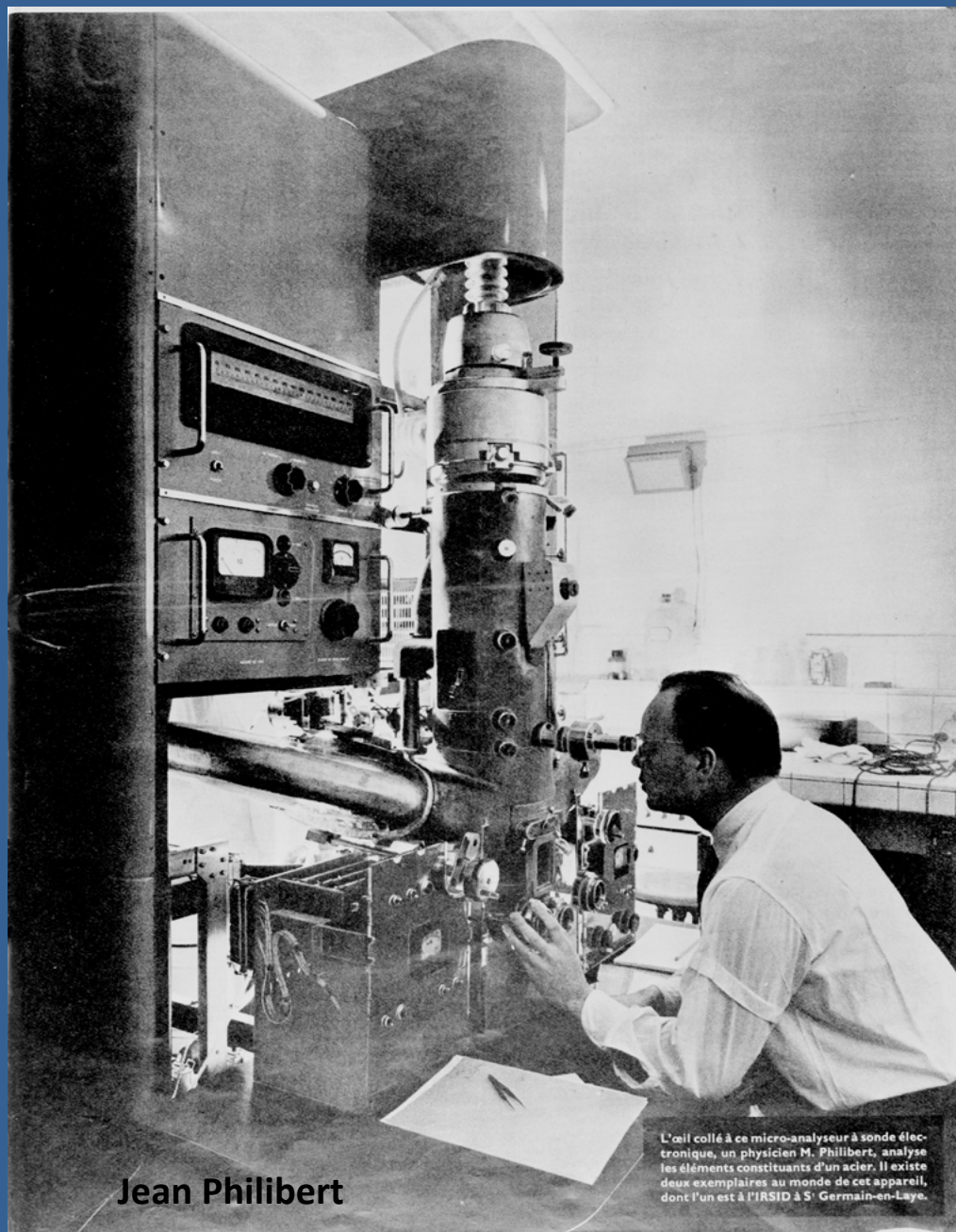


Le prototype de la microsonde de Castaing



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.

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} grammes". "Des inclusions de quelques microns peuvent être analysées".

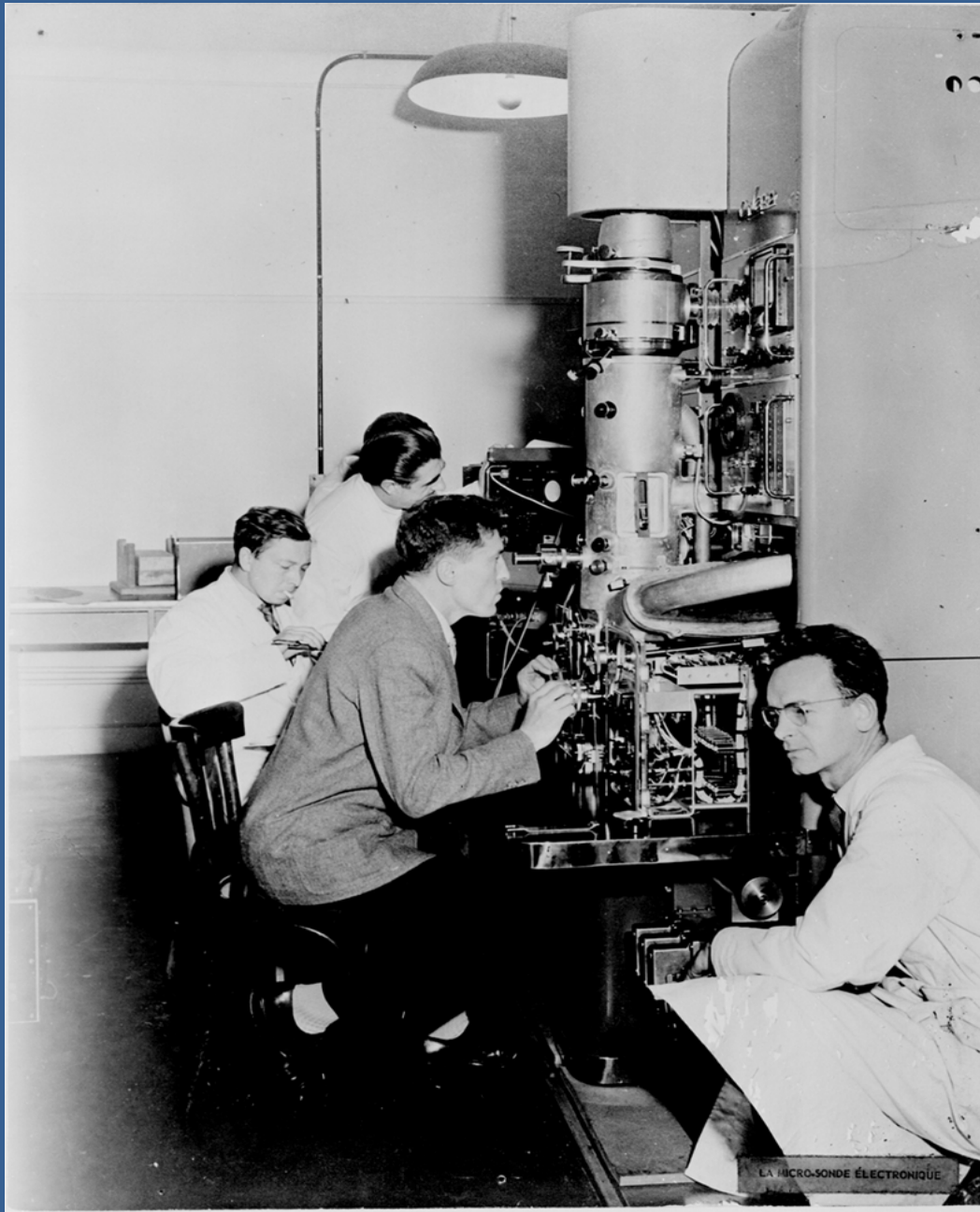


Jean Philibert

L'œil collé à ce micro-analyseur à sonde électronique, un physicien M. Philibert, analyse les éléments constitutifs d'un acier. Il existe deux exemplaires au monde de cet appareil, dont l'un est à l'IRSID à S' Germain-en-Laye.

Un prototype est confié à l'IRSID sous la responsabilité de Jean Philibert, associé à Roland Tixier

Un autre prototype sera confié au CEA au SRMP (service de recherche en métallurgie physique) sous la responsabilité de Adda et de Françoise Maurice.



Voici Raimond Castaing en plein travail sur son instrument. On peut reconnaître juste derrière lui 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).

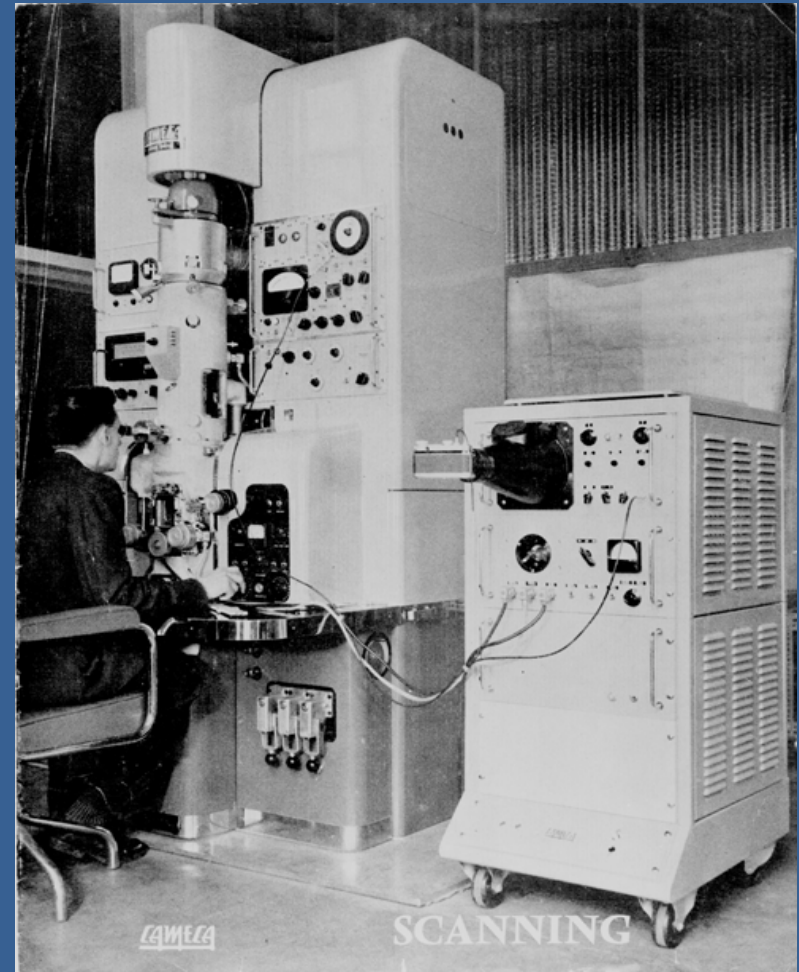
Au cours de sa thèse, Castaing effectuera les premières analyses quantitatives de routine ; il posera les bases de la quantification en développant un modèle de correction d'absorption simplifiée.

Il précisera les différents modes d'utilisation du microranalyseur.

Il saura persuader un industriel spécialisé dans la sonorisation de salle de spectacle, ayant développé quelques instruments scientifique et l'ancêtre de la « vidéo » : le scopitone !

Il s'agissait de CAMECA (Compagnie d'Applications Mécaniques à l'Electronique au Cinéma et à l'Atomistique) basée à Courbevoie..

Il en sortira en 1955 un prototype qui sera commercialisé en 1958 sous la dénomination de MS85 (MS pour microsonde et 85, inverse de 58, année de commercialisation)



Cette microsonde, petit bijou de mécanique était certainement très précise mais peu commode d'emploi !

L'alignement des différents constituants de la colonne était souvent une source d'exaspération !

Le canon ne comportait pas moins de 4 réglages indépendants :

- centrage du filament par rapport au wehnelt
- distance filament-wehnelt
- centrage du bloc wehnelt par rapport à l'anode
- inclinaison du canon

Quant aux 2 spectromètres, l'angle d'émergence (faible), était variable (entre 14 et 20° environ).

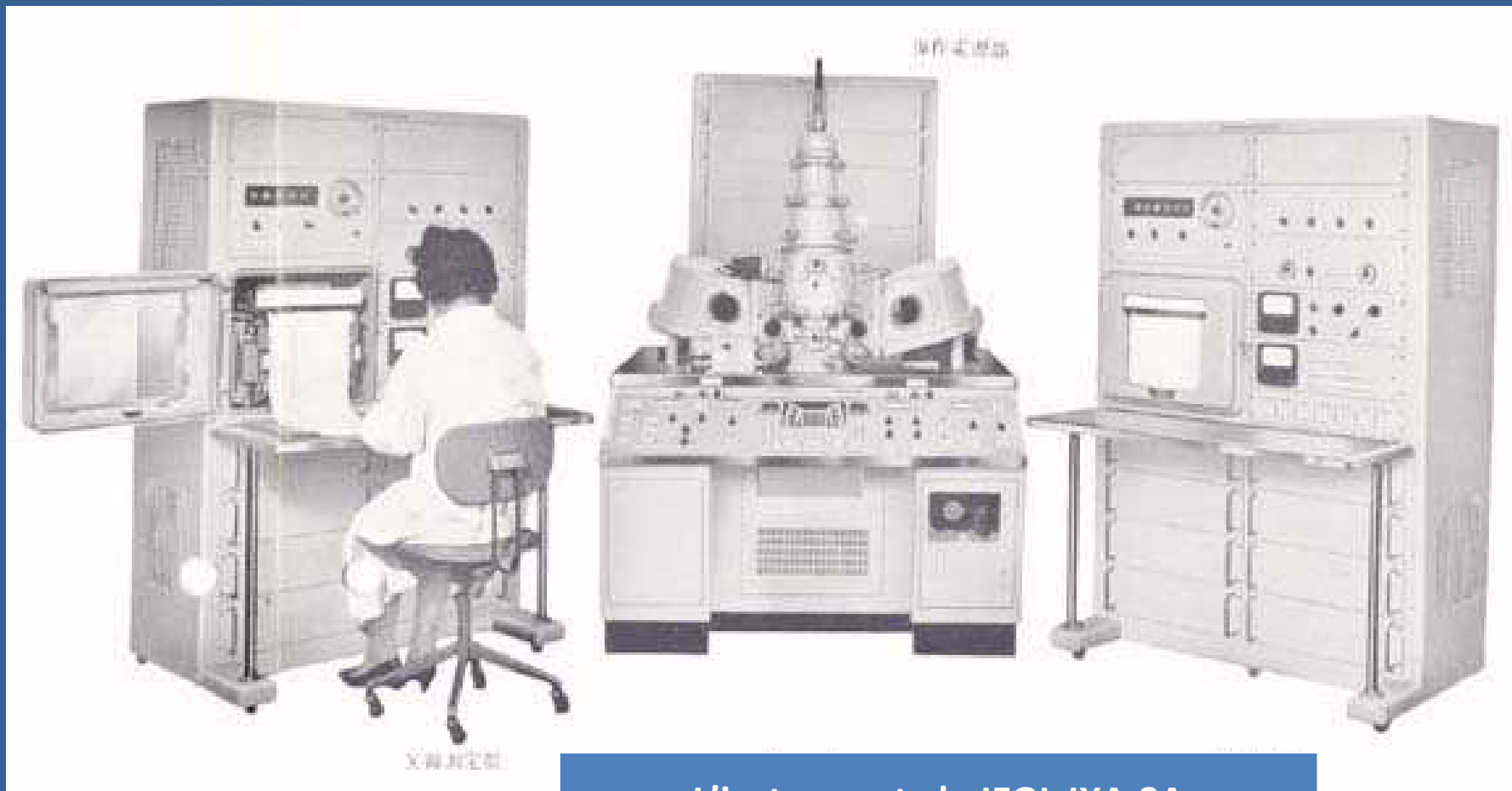
L'électronique était à tubes et les chaînes de comptage très rudimentaires (à nos yeux !).

Malgré ses défauts, cet instrument a laissé à ses utilisateurs le souvenir d'un appareil d'analyse exceptionnel !

Rapidement la société japonaise Jeol construit son prototype de microsonde (1961) qui sera suivi par le premier appareil commercial (très proche de la MS85) en 1965.



Le prototype : JEOL JXA 1A



L'instrument : le JEOL JXA-2A

CAMECA MS46

MS46
(1964)



En 1964, Cameca commercialise un nouveau modèle : la MS46.

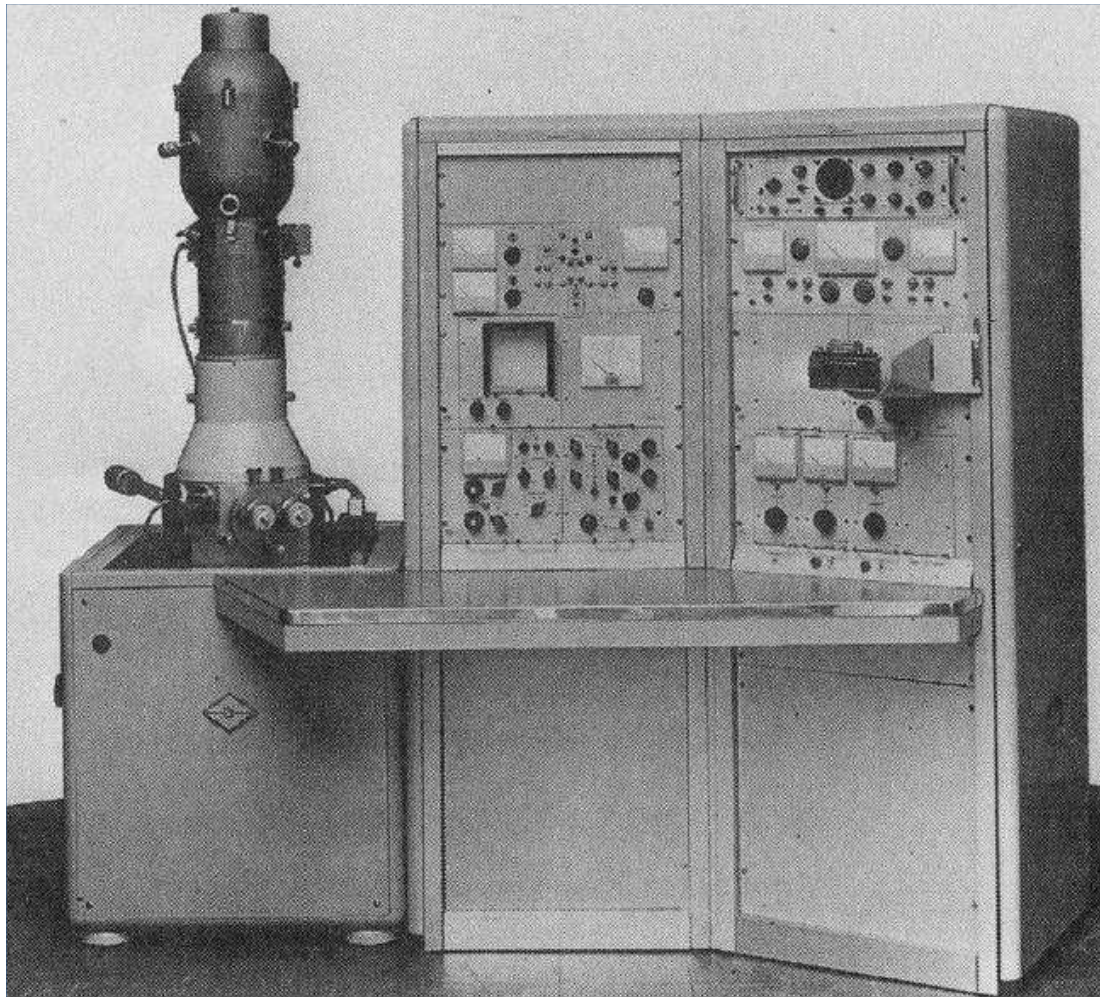
Doté de 4 spectromètres à angle d'émergence constant (18°) elle dispose de pseudo cristaux de type ODPB qui lui permettent d'analyser les éléments très légers (B-O)

Comme les spectromètres, les mouvements X et Y peuvent être équipés de moteur : début de l'automatisation !

Par la suite une véritable automatisation des spectromètres par ruban perforé a été proposée.

Si la MS85 fut doté ultérieurement (et au grand dam de Castaing !) d'un dispositif rudimentaire de balayage mécanique pour faire des images électroniques en courant absorbé et des images X, la MS46 dispose d'un système de balayage semi-mécanique plus performant avec rattrapage de la défocalisation par déplacement du cristal.

Notons qu'un accessoire TEM était proposé en option.

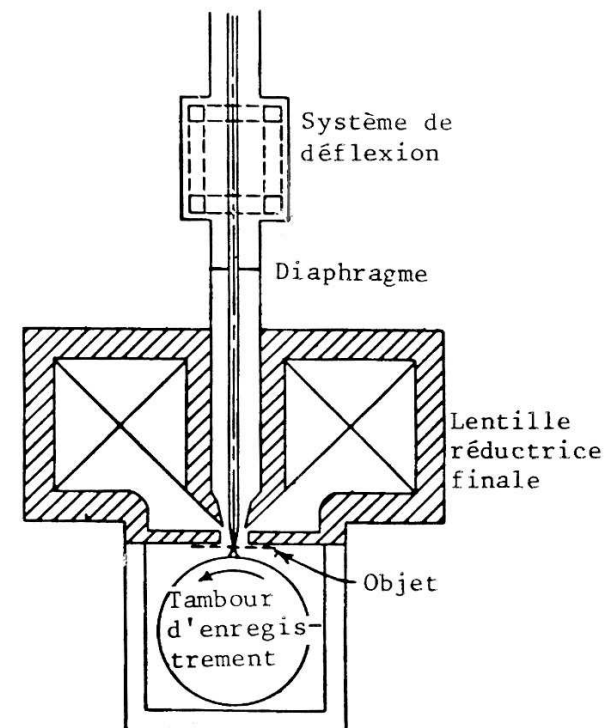


1965 : Cambridge Instrument commercialise le premier microscope électronique à balayage : le Stereoscan MkII.

Issu des travaux de C.W. Oatley et Nixon de l'université de Cambridge) cet instrument avait une résolution initiale de 50nm à 20 kV, puis de 25 nm.

Prototype du MEB réalisé par M. Von Ardenne en Allemagne en 1938.

Il faudra attendre 1960 pour que L.F. Everhart et R.F.M. Thornley développe leur détecteur d'électrons secondaires qui permettra le réel développement de la Microscopie électronique à balayage.



Le Microscope Electronique à Balayage de Von Ardenne (1938)



Au début des années 70, Cameca propose le CAMEBAX, couplage entre une microsonde et un microscope électronique à balayage.

Dotée au maximum de 4 spectromètres (4 verticaux, 2 inclinés ou 2 verticaux et 1 incliné) elle possède un dispositif de balayage électronique et un détecteur d'électrons secondaires comme un vrai MEB. Un dispositif d'anticontamination est en option.

Cet instrument pourra par la suite être piloté et automatisé par un mini-ordinateur DEC de type PDP.

Camebax – MicroBeam



Ultérieurement une version « micro » propose la commande des chaînes de mesure à l'aide d'un microprocesseur, suivi ultérieurement par la version « MicroBeam ».

SX50



Début des années 80, le Camebax est remplacé par le SX50 puis en 1995 par le SX100.

Spectromètres plus précis avec moteurs pas-à-pas avec coupleur opto-électronique, ces instruments sont pilotés d'abord par une station de travail sous Unix puis par la suite par un compatible PC sous Windows.

SX100



La gamme JEOL a également évolué proposant la « super-probe »

« superprobe »



JXA-8900R

Et plus récemment , l'Hyperprobe 8500F équipée d'un canon à effet Schottky.



À canon FEG Schottky

A part Cameca et Jeol qui sont à l'heure actuelle les seuls constructeurs à proposer de véritables microsondes, il en a existé plusieurs mais qui ont renoncé par la suite comme :

ARL

Philips

Siemens...

On peut aussi citer l'EMMA4, seul microscope électronique en transmission qui ait été équipé de spectromètres WDS (Duncomb)

Il existe également des spectromètres WDS qui peuvent équiper des microscopes électroniques à balayage :

- *Noran MagnaRay*
- *Oxford WAVE, Microspec*
- *Edax,*
- *Thermo...*

Petite histoire de la microanalyse... quelques dates

- 1913 : les spectres de rayons X (Moseley)
- 1930 : optique électronique (TEM 1931 par Von Ruska)
- 1940 : *spectrométrie de rayons X WDS (Guinier, Cauchois)*
- 1942 : prototype du MEB (Svorikin, USA)
- 1947 : 1er travaux sur la microanalyse par Hillier (USA)
- 1949 : début de la thèse de R. Castaing sous la direction de A. Guinier
- 1951 : *1er prototype de MS par R. Castaing (thèse)*
- 1955 : 1er prototypes industriels (ONERA et IRSID)
- 1958 : commercialisation par Caméca (MS85)
- 1963 : 1er prototype du MEB (Nixon et Pease, Université de Cambridge)
- 1965 : commercialisation du 1^{er} MEB (Cambridge Instruments)
- 1968 : *spectrométrie EDS (USA)*