



HAL
open science

La microscopie électronique à balayage et ses applications métallurgiques

J. Philibert

► **To cite this version:**

J. Philibert. La microscopie électronique à balayage et ses applications métallurgiques. Revue de Physique Appliquée, 1968, 3 (4), pp.325-330. 10.1051/rphysap:0196800304032500 . jpa-00242867

HAL Id: jpa-00242867

<https://hal.science/jpa-00242867>

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

LA MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE A BALAYAGE ET SES APPLICATIONS MÉTALLURGIQUES

Par J. PHILIBERT,

Institut de Recherches de la Sidérurgie Française, Saint-Germain-en-Laye.

Résumé. — Dans le microscope électronique à balayage, l'objet est exploré séquentiellement, ligne après ligne, par une sonde électronique très fine. Les électrons secondaires et rétrodiffusés émis à l'impact de celle-ci sont captés et constituent un signal qui module la brillance du faisceau d'un oscillographe cathodique sur l'écran duquel l'image est reconstituée point par point. Le pouvoir de résolution peut être meilleur que 100 Å et la profondeur de champ supérieure de plusieurs centaines de fois à celle du microscope optique ; les échantillons massifs peuvent être directement observés dans le microscope, ce qui représente un avantage certain sur le microscope électronique à transmission. De nombreuses applications métallographiques et microfractographiques ont déjà été signalées.

Abstract. — In the scanning electron microscope, the specimen surface is scanned in a raster manner by a very fine electron probe. The secondary and back-scattered electrons emitted at the impact point of the probe are collected and used to modulate the brightness of the beam in a C.R.T. Due to the synchronous movement of this beam and the electron probe, an image of the specimen surface appears on the screen of the C.R.T.

The resolving power may be better than 100 Å and the depth of field is several hundreds of times higher than with an optical microscope at the same magnification. Bulk specimens can be directly observed with the scanning microscope, this is a big advantage as compared to the transmission electron microscope. Many metallographic and microfractographic applications have been studied.

I. Introduction. — Une image, quel que soit son mode de production, peut être considérée comme un ensemble d'éléments individuels (ou « points images »), chacun de ces éléments possédant une certaine relation avec un petit élément d'aire correspondant de l'objet (ou point « objet »). Si les dispositions géométriques des points images et objets sont semblables et s'il existe une relation bien définie entre certaines caractéristiques des points images, telles que leur brillance ou leur couleur, et les mêmes caractéristiques ou d'autres propriétés des points objets correspondants (transparence, pouvoir réflecteur, masse spécifique, composition chimique, etc.), l'image donne une vue fidèle de l'objet.

En pratique, cette image peut être obtenue de deux façons :

— Soit *globalement*, c'est-à-dire par la formation *simultanée* de tous les points images. C'est la manière traditionnelle de formation de l'image rétinienne, de projection sur un écran ou une plaque photographique, de la microscopie optique, etc.

— Soit *séquentiellement*, c'est-à-dire par l'enregistrement point après point des éléments images suivant une trame définie. Cette technique est devenue classique depuis le développement de la télévision. Pour

cela, l'objet est analysé point par point de la trame donnée et les signaux recueillis en chaque point servent à former l'image suivant la même trame. C'est pourquoi on parle de microscopie par balayage (« scanning » ou « flying spot »), mais il serait peut-être plus significatif de parler de *microscopie par sonde*, une sonde optique, électronique ou plus généralement corpusculaire effectuant l'examen point par point de l'objet.

L'image est généralement reconstituée sur l'écran d'un oscillographe cathodique, mais ceci n'est pas un impératif, tout mode d'enregistrement point par point pouvant convenir.

Quels sont, pour la microscopie, les avantages comparés des deux méthodes ? La méthode globale a évidemment l'avantage de fournir directement l'image et d'être souvent plus simple à mettre en œuvre. En outre, elle présente un meilleur pouvoir de résolution. La méthode par sonde a deux avantages principaux :

— Elle peut utiliser une gamme de signaux beaucoup plus variée (il est quasiment impossible de former une image avec des rayons X par exemple).

— Elle peut « traiter » ces signaux, c'est-à-dire, en les envoyant dans des circuits logiques, former des

images spécifiques de telle ou telle propriété. C'est ce que l'on fait par exemple en microscopie optique avec les appareils de métallographie quantitative (compteurs de phases ou d'inclusions, etc.).

II. Origine. — La microscopie électronique par sonde est presque aussi ancienne que la microscopie électronique globale. Elle remonte pour l'essentiel aux travaux de von Ardenne (1938) [1], de Zworykin, Hillier et Snyder [2], de Hillier et Baker (1943-1944) [3], [4]. Elle a connu un développement notable en Grande-Bretagne après la seconde guerre mondiale, en particulier avec les travaux de Oatley et de Nixon [5], [6].

Le signal utilisé par les premiers auteurs était soit les électrons transmis par une lame mince, soit les électrons réémis par l'objet. Ces travaux ne conduisirent pas à des développements immédiats, apparemment pour deux raisons :

- le développement du microscope électronique « conventionnel » ;
- le manque de détecteurs d'électrons adéquats fournissant un rapport signal/bruit assez élevé pour obtenir des images correctes en un temps raisonnable.

III. Constitution de l'appareil. — L'appareil comporte essentiellement deux parties :

- une optique électronique destinée à former la sonde et à la défléchir ;
- un détecteur d'électrons suivi d'une électronique destinée à reconstituer l'image sur un écran.

1. OPTIQUE ÉLECTRONIQUE. — Le canon à électrons est le même que celui d'un microscope électronique. Il fournit une source virtuelle d'électrons de 50 à 100 μ de diamètre qui est réduite par une série de lentilles électroniques, la dernière focalisant la sonde à la surface de l'objet sous forme d'un faisceau de très faible ouverture ($\sim 10^{-2}$ radian). Cette surface est balayée par la sonde ligne par ligne : soit par un mouvement mécanique ou électromécanique de l'objet, soit plus fréquemment par déflexion de la sonde. On utilise des méthodes de déflexion électrostatique ou électromagnétique. La seconde est la plus employée ; deux petites bobines sont placées avant la dernière lentille (objectif) : cette double déflexion permet au faisceau de rester au voisinage du centre optique de l'objectif et d'éviter ainsi des aberrations nuisibles.

2. DÉTECTION ET FORMATION DE L'IMAGE. — Les signaux émis au point d'impact de la sonde sont reçus dans un détecteur approprié, amplifiés et utilisés pour moduler la brillance du spot d'un oscillographe cathodique. L'écran de ce dernier est balayé ligne par ligne en synchronisme avec les déflexions de la sonde.

Parmi les signaux émis, on peut considérer :

- Les électrons réémis : électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons Auger.
- Les électrons transmis (cas d'une lame mince) : électrons diffusés élastiquement, électrons diffusés inélastiquement (pertes d'énergie), électrons diffractés.
- Rayonnement électromagnétique : tout le spectre : IR, visible (cathodoluminescence), U.V., rayons X.

Le microanalyseur à sonde électronique ou « microsonde de Castaing » utilise les rayons X caractéristiques. Le microscope électronique à balayage utilise essentiellement les électrons réémis. Le détecteur est généralement un cristal scintillateur, situé à l'intérieur d'une cage de Faraday fermée par une grille. Cette cage est portée à un potentiel positif de quelques centaines de volts de manière à capter la majeure partie des électrons secondaires émis par l'échantillon. Ceux-ci sont ensuite post-accélérés sous quelques kV pour bombarder le scintillateur (dont la surface est métallisée). Un guide de lumière le relie à un tube photomultiplicateur. On obtient ainsi un gain important du signal ($\sim 10^6$) sans bruit de fond. Les multiplicateurs d'électrons placés directement au voisinage de l'objet n'ont été que peu utilisés. En effet, le dispositif précédent permet de capter la quasi-totalité des secondaires et peu de rétrodiffusés, condition nécessaire à l'obtention d'un pouvoir de résolution élevé. D'autre part, nombre de multiplicateurs comportent des aimants qui risquent de défléchir la sonde. On peut aussi utiliser des détecteurs solides pour capter les électrons rétrodiffusés, ou encore le courant qui s'établit entre l'échantillon et la masse (signal dit « électrons absorbés » ou « courant échantillon ») [11]. Tous ces signaux ne permettent pas l'obtention d'un pouvoir de résolution aussi bon que les électrons secondaires.

Les images sont obtenues par photographie de l'écran de l'oscillographe, au cours d'un seul balayage suffisamment lent (temps de pose typique : 20 à 100 s). Enfin, la cathodoluminescence, c'est-à-dire la luminescence excitée dans les isolants par l'impact électronique, fournit un signal très intéressant. L'image peut être observée soit globalement en défocalisant la sonde (et observation avec un microscope optique), soit, mieux, par balayage : le récepteur est alors un photomultiplicateur précédé de filtres échangeables [12]. Les applications aux céramiques, aux inclusions non métalliques, et généralement à la minéralogie sont nombreuses. Mais le pouvoir séparateur ne peut être très élevé, car la luminescence caractérise tout le volume où se produit la pénétration diffuse des électrons.

IV. Pouvoir séparateur. — 1. FACTEURS FONDAMENTAUX. — Le pouvoir séparateur est lié à plusieurs facteurs dont le plus important est la dimension de la sonde. Il n'y aura pas de perte de pouvoir séparateur si le signal est émis seulement à l'impact de la sonde.

Du fait de la pénétration diffuse des électrons dans la matière, cette condition ne peut être réalisée avec les rayons X ou les électrons rétrodiffusés, à moins d'utiliser comme objet des lames assez minces pour que les électrons n'y soient pas sensiblement diffusés. Au contraire, la majorité des électrons secondaires sont des électrons éjectés par les électrons primaires du faisceau incident; comme ils ont un spectre d'énergie limité à 50 eV environ avec un maximum vers 2 eV, ils sont émis juste à l'impact de la sonde par une épaisseur de 10 à 15 couches atomiques. La résolution sera donc perdue si les électrons secondaires produits par les électrons rétrodiffusés ou les photoélectrons arrachés par les rayons X se trouvent en trop forte proportion. La résolution est aussi limitée par les électrons rétrodiffusés collectés par le détecteur.

2. TAILLE DE LA SONDE. — La dimension minimale de la sonde est un problème d'optique électronique. Elle est limitée par les aberrations de la lentille (objectif) qui forme la sonde. La dimension minimale semble voisine de 50 Å; le microscope à balayage ne saurait prétendre à la même résolution que le microscope électronique conventionnel, ceci pour deux raisons essentielles :

— Une distance frontale assez élevée de l'objectif est imposée : en effet, un certain espace libre doit être ménagé au-dessus de l'objet pour permettre la collecte des électrons secondaires (le champ de fuite de l'objectif gêne celle-ci); ceci entraîne une forte aberration sphérique de la lentille (évaluée par sa constante C_s , égale à plusieurs fois la distance focale).

— L'énergie des électrons primaires doit être assez faible (tension d'accélération inférieure à 30 kV) pour limiter la pénétration des électrons dans la cible, d'où un accroissement, par rapport aux tensions usuelles en microscopie électronique, des effets d'aberration chromatique et de diffraction. On montre que le diamètre minimal est proportionnel à $C_s^{1/4} \lambda^{3/4}$, c'est-à-dire à $C_s^{1/4} V^{-3/8}$. Cette condition conduit à un diamètre minimal d'environ 50 Å.

Il faut tenir compte d'un autre impératif : l'intensité de courant maximale transportée par la sonde. On montre que dans les conditions optimales (très faible ouverture du faisceau en particulier) le courant maximal varie comme la puissance $8/3$ du diamètre de la sonde. Dans les conditions actuelles de brillance de la source, ce courant est d'environ 10^{-12} ampère pour une sonde de 100 Å sous 20 kV. Toute valeur plus élevée du courant exige donc des sondes de plus grand diamètre. A l'heure actuelle, cette faible valeur du courant ne conduit plus à une limitation du pouvoir de résolution, car les systèmes de détection donnent un rapport signal/bruit très élevé. En effet, plus ce rapport est élevé, plus l'image peut être formée en un temps court (ou par un courant sonde faible) avec un *contraste* satisfaisant sans perte de pouvoir de résolution (le rapport signal/bruit pour tout point de l'image doit atteindre un certain niveau).

D'après Pease et Nixon [7], le pouvoir de résolution serait d'environ 100 Å avec une sonde de 50 Å. Les appareils commerciaux actuels offrent un pouvoir de résolution de 200 à 500 Å.

V. Origine du contraste. — Le contraste n'a pas la même origine suivant que le signal est constitué par les électrons rétrodiffusés ou secondaires.

Le rendement de rétrodiffusion dépend essentiellement :

- du numéro atomique Z de la cible (il croît avec Z);
- de l'angle d'incidence du faisceau (il augmente quand l'incidence s'écarte de la normale).

Le signal « électrons rétrodiffusés » peut donc être utilisé pour donner une idée de la composition chimique de la cible, et du relief de celle-ci, tant qu'un pouvoir de résolution élevé n'est pas nécessaire.

Le rendement de l'émission secondaire varie peu avec le numéro atomique de la cible. Il dépend légèrement de l'orientation cristalline de l'objet. **Mais** il est essentiellement conditionné par la microgéométrie et l'état physico-chimique de la surface, sans que les facteurs importants aient été, semble-t-il, bien reconnus. Le contraste paraît dû au microrelief de l'échantillon et à son « état de surface » puisque l'émission caractérise une couche superficielle de l'objet. En pratique, on observe même une sorte de flamboiement des fines arêtes, qui limite le pouvoir séparateur (voir par exemple, *fig. 5*). Ce flamboiement est dû à l'émission secondaire sur les deux faces des arêtes par suite de la pénétration diffuse des électrons. L'émission secondaire est aussi très sensible à l'état physico-chimique de la surface (oxydation, contamination...). Selon Pease et Nixon [7], le pouvoir de résolution apparaît souvent limité par l'émission uniforme dans une très mince couche de contamination.

L'émission secondaire est aussi fort sensible aux champs électriques locaux, la limite inférieure se situant vers 200 V/cm. Cette sensibilité a été utilisée pour l'examen des semiconducteurs (détection des jonctions en particulier). Dans le cas des semiconducteurs, nombre d'autres effets peuvent être mis à profit; ces effets sont liés à la production de paires de porteurs de charge dans la cible, à leur migration dans les champs électriques locaux et à leur recombinaison, d'où divers signaux utiles pour former des images et révéler les détails de structure de circuits intégrés ou les défauts cristallins [8], [9]. Malgré son importance, nous ne ferons que signaler ce domaine d'applications, qui sort du cadre de cet exposé.

L'émission secondaire est également sensible aux champs magnétiques locaux, à condition d'utiliser une disposition du détecteur qui ne perturbe pas ces effets sur l'émission secondaire : les parois de domaines magnétiques ont ainsi pu être mises en évidence [10], [17].

Enfin, l'émission secondaire est sensible aux processus de pénétration et de diffraction des électrons : les phénomènes d'absorption anormale des électrons

primaires pour l'incidence de Bragg donnent lieu à un accroissement de l'émission secondaire pour certaines incidences, d'où la formation de diagrammes d'un type particulier, d'aspect semblable aux diagrammes de Kikuchi [13] (la similitude se limite là); ils permettraient peut-être d'étudier l'orientation de monocristaux.

VI. Applications métallurgiques. — L'analyse de l'origine du contraste nous a suggéré les applications possibles de l'appareil. Mais il est une autre caractéristique importante pour les applications : c'est la profondeur de champ très élevée. En effet, celle-ci est inversement proportionnelle à l'ouverture du faisceau. Comme cette dernière est inférieure à 10^{-2} radian, à pouvoir de résolution égal, elle sera donc 100 ou 1 000 fois plus élevée que dans un microscope optique!

Pour des échantillons massifs, le microscope à balayage est donc un microscope métallographique, avec

les avantages suivants par rapport au microscope optique :

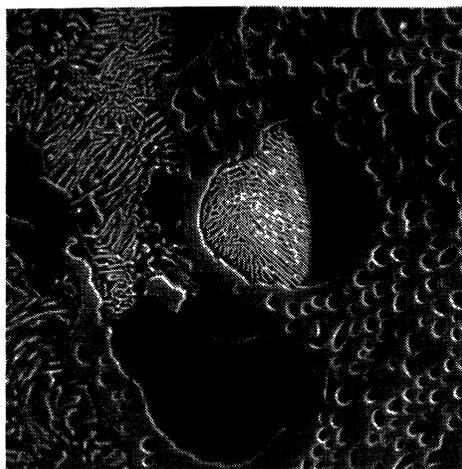
- grossissement continûment variable d'environ 100 à 30 000 fois ou plus;
- importante profondeur de champ.

Par rapport au microscope électronique, l'avantage essentiel réside dans l'absence de répliques, d'où un gain en rapidité et commodité.

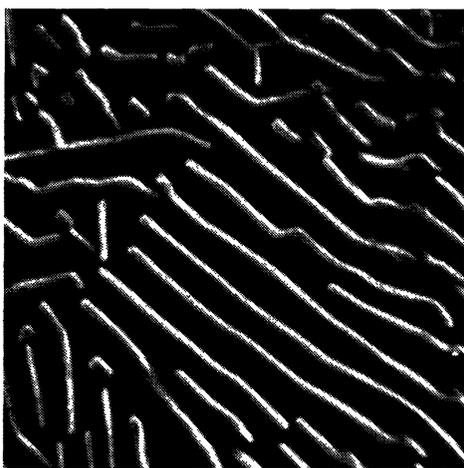
La microscopie électronique à balayage constitue une méthode d'examen non destructif dans une très large gamme de grossissements.

L'appareil peut donc être utilisé :

— Comme un complément du microscope métallographique, surtout du fait de ses possibilités de grossissement (*fig. 1*), soit après attaque métallographique pour l'observation des microconstituants des alliages, soit pour l'examen des effets superficiels : lignes de glissement (*fig. 2*), relief d'aiguilles de martensite ou de macles, germes d'oxydes [14], rayures, rugosité...



a



b

FIG. 1. — Alliage AlMg, décomposition eutectique : a) $\times 1\,400$. — b) $\times 14\,000$ (photos Mme Meny, C.E.A.).



FIG. 2. — Lignes de glissement à la surface d'une austénite : $\times 1\,000$.

— Comme une méthode d'examen des petits objets : poudres, frittés, petits cristaux, tubes, diaphragmes, injecteurs, etc. La préparation des objets peut être plus élaborée : c'est ainsi que les nodules de graphite des fontes peuvent être examinés en détail après extraction [15].

— Comme appareil de *microfractographie* (*fig. 3, 4, 5*). L'avantage sur le microscope électronique réside dans le fait que l'on n'a pas à préparer de répliques. Une difficulté se rencontre cependant dans l'interprétation des observations : nombre de détails caractéristiques des ruptures semblent ou au-delà du pouvoir de résolution, ou masqués par d'autres effets. Les répliques offrent en outre l'avantage d'extraire les précipités (important pour l'amorçage et la propagation des fissures). Par contre, la microscopie à balayage permet

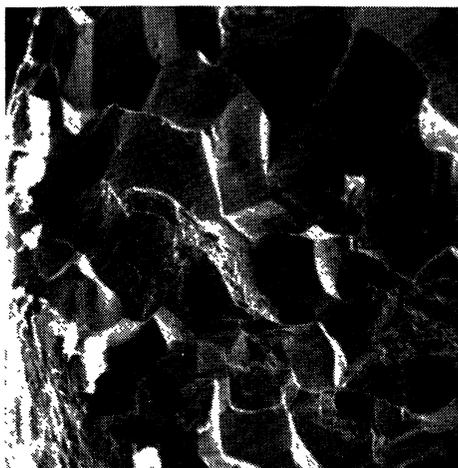


FIG. 3. — Rupture intergranulaire
acier inoxydable 18/10, revenu 1 h à 750 °C : $\times 100$.

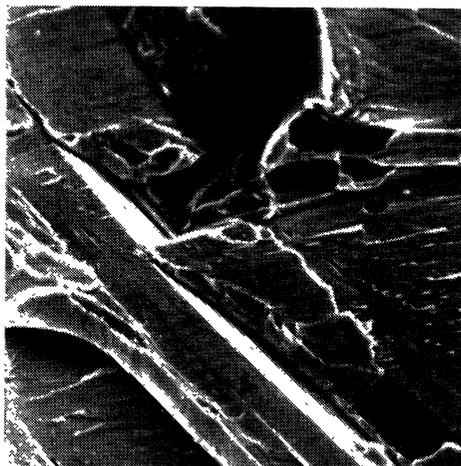


FIG. 4. — Rupture par clivage
d'un monocristal de fer-silicium : $\times 1\ 000$.

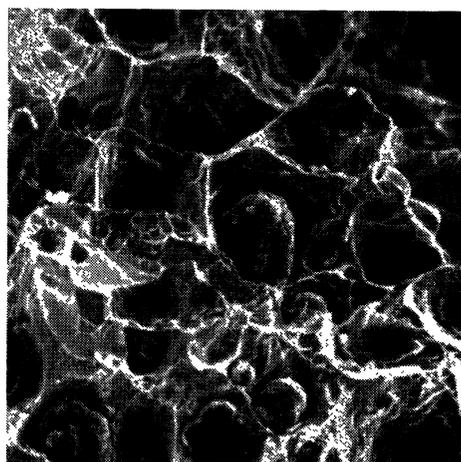


FIG. 5. — Rupture d'une fonte
à graphite sphéroïdal : $\times 300$.

l'examen rapide global d'une grande surface de rupture suivie d'investigations plus fines dans telle ou telle partie. Elle paraît particulièrement indiquée pour

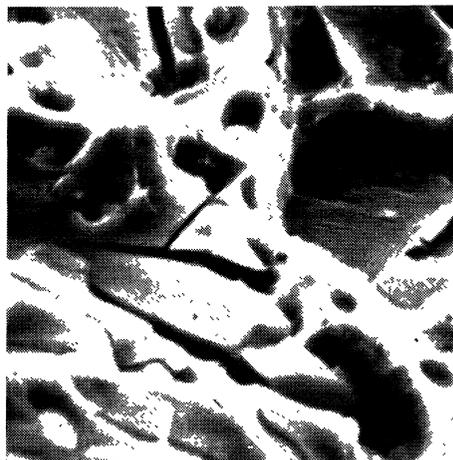


FIG. 6. — Rupture d'un acier inoxydable : juxtaposition de faciès ductile (phase γ) et fragile (clivage de la phase α , fissuration des blocs de phase σ) : $\times 4\ 000$.

l'expertise des ruptures en service, et généralement chaque fois qu'une assez vaste surface doit être examinée.

Les échantillons non métalliques, céramiques, réfractaires, minerais, peuvent être observés. Mais s'ils sont trop isolants, une métallisation superficielle est nécessaire. On perd alors une partie du contraste fin de diverses origines et l'image n'est sensible qu'au microrelief.

Les applications aux échantillons minces ne sont pas encore très développées : le signal fourni par les électrons transmis peut être utilisé pour former des images [16]. En outre, il pourrait permettre l'étude de certains problèmes fondamentaux (pertes d'énergie caractéristiques, théorie du contraste, etc.).

Conclusion. — Le microscope électronique à balayage apparaît comme un nouvel outil métallographique qui complète à la fois le microscope optique et le microscope électronique en transmission, sans faire double emploi avec aucun de ces instruments. Essentiellement, il permet la microscopie à pouvoir de résolution élevé, sans préparation de répliques : d'où les applications métallographiques. Cet avantage, combiné à la forte profondeur de champ, en fait également un appareil de choix pour l'examen des surfaces de rupture et particulièrement pour les ruptures survenues en service. Il est probable que cet instrument va connaître rapidement un développement important, bien que celui-ci risque d'être limité par son haut prix, le laboratoire de métallographie devant déjà faire face à des dépenses élevées pour acquérir un microscope électronique et un microanalyseur à sonde électronique.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] von ARDENNE (M.), *Z. für Physik*, 1938, **109**, 553.
- [2] ZWORYKIN (V. K.), HILLIER (J.) et SNYDER (R. L.), *A.S.T.M. Bulletin*, 1942, **117**, 15.
- [3] HILLIER (J.), *Phys. Rev.*, 1943, **64**, 318.
- [4] HILLIER (J.) et BAKER (R. F.), *J. Appl. Phys.*, 1944, **15**, 663.
- [5] SMITH (K. C. A.) et OATLEY (C. W.), *Brit. J. Appl. Phys.*, 1955, **6**, 391.
- [6] OATLEY (C. W.), NIXON (W. C.) et PEASE (R. F. W.), *Advances Electronics Electron Physics*, 1965, **21**, 181.
- [7] PEASE (R. W. F.) et NIXON (W. C.), *J. Sci. Instr.*, 1965, **42**, 81.
- [8] EVERHART (T. E.), GONZALES (A. J.), HOFF (P. H.) et MAC DONALD (N. C.), 6th Int. Conf. Electron Microscopy, Kyoto, 1966, **1**, 201.
- [9] CZAJA (W.) et PATEL (J. R.), *J. Appl. Phys.*, 1965, **36**, 1476.
- [10] BANBURY (J. R.) et NIXON (W. C.), *J. Sci. Instruments*, 1967, **44**, 1949.
- [11] WEINRYB (E.) et PHILIBERT (J.), 3rd Europ. Conf. Electron Microscopy, Prague, 1964, A 53.
- [12] DAVOINE (F.), PINARD (P.) et MARTINEAU (M.), *J. Physique Rad.*, 1960, **21**, 121.
- [13] COATES (D. G.), *Phil. Mag.*, 1967, **16**, 1179.
- [14] PEASE (R. F. W.) et PLOC (R. A.), *Trans. A.I.M.E.*, 1965, **233**, 1949.
- [15] MINKOFF (I.) et NIXON (W. C.), *J. Appl. Phys.*, 1966, **37**, 4848.
- [16] Voir l'article de J. PHILIBERT, même numéro de ce journal, p. 343.
- [17] JOY (D. C.) et JAKUBOVICS (J. P.), *Phil. Mag.*, 1968, **17**, 61.
-