

Les ouvrages du GN-MEBA

François Brisset

Université Paris-Sud, 15 rue Georges Clémenceau, 91405 Orsay Cedex, France

1 Le GN-MEBA

Dès 1960, soit seulement deux ans après la commercialisation de la première microsonde électronique, et à l'initiative de Raimond Castaing, un groupe de scientifiques rejoignait la commission technique N° 8 de l'Association nationale de la recherche technique (ANRT) : « Diffraction X, diffraction et microscopie électronique ». Deux ans plus tard, une sous-commission spécifique « Microsonde » était créée. Le Groupement « Microsonde » devenait ensuite indépendant en 1964. La vocation première de ce Groupement était de mesurer avec précision les coefficients d'absorption massique dont la connaissance était essentielle pour effectuer les corrections en microanalyse X nécessaire à la quantification élémentaire, domaine où la France a été très active. Rappelons que le calcul de ces coefficients est très complexe car ils varient en fonction de nombreux facteurs, tels que l'énergie des photons, la position énergétique des seuils d'absorption et la nature de l'absorbeur. La variation des coefficients peut aller de quelques dixièmes de cm^2/g à plusieurs dizaines de milliers et pour évaluer ces effets d'absorption il faut aussi connaître la distribution des ionisations primaires dans le volume excité. Cette distribution a été appelée $\phi(\rho z)$ par Castaing dès sa thèse [1]. Ces activités de recherche et développement, à la fois expérimentales et théoriques, se sont ensuite développées pour préciser tous les autres éléments nécessaires afin de fiabiliser et simplifier ces corrections (cf. le dernier ouvrage du groupement).

L'achat des premiers microscopes électroniques à balayage en France à partir de 1967 (soit deux ans après leur première commercialisation), puis leur diffusion dans de nombreux laboratoires, tant publics que privés, a élargi des centres d'intérêt du Groupement. Il a alors pris la dénomination de « Microsonde et microscopie à balayage » en 1975, puis « Microanalyse et microscopie à balayage », pour devenir en 1997 « Microscopie électronique à balayage et microanalyses ».

Cependant, fin 2001, l'ANRT ayant décidé de se séparer de ses groupes techniques, le Conseil d'administration d'alors a voulu pérenniser le Groupement en créant, en 2002, une association à caractère scientifique et à but non lucratif, le Groupement national de microscopie électro-

nique à balayage et de microanalyses (GN-MEBA). En 2003, une convention de coopération a été signée avec la Société française de physique, qui a été amendée récemment afin de mettre à jour les rôles de chaque société (2017).

Le Groupement a toujours voulu assurer en France le développement de la microscopie électronique à balayage et l'ensemble des techniques de microanalyses et de caractérisation associées, ainsi que la préparation des échantillons. Pour ce faire, il diffuse l'information sur l'évolution de toutes ces techniques, en établissant des contacts entre les divers utilisateurs et avec les constructeurs ou leurs représentants, et en contribuant à la formation des personnes concernées par ces domaines.

Ainsi, le Groupement organise deux séries de conférences annuelles, les journées pédagogiques et les journées thématiques. La première a lieu en fin d'année à Paris alors que la seconde a généralement lieu en province courant juin. Cette dernière a régulièrement lieu en partenariat avec d'autres sociétés savantes. De plus, le GN-MEBA organise périodiquement des écoles d'été. Sept de ces écoles ont déjà vu le jour : Grenoble en 1978 puis en 2006, Toulouse en 1990, Louvain-la-Neuve en Belgique en 1996, Montpellier en 2001, Lille en 2012 et dernièrement Bordeaux en 2017. Ces écoles regroupent entre 150 et 200 personnes en incluant les stagiaires, les organisateurs et les fournisseurs de matériels. Elles sont organisées en deux niveaux, afin d'enseigner les fondamentaux et le perfectionnement, à la fois en microscopie électronique à balayage et en microsonde électronique, et dans les domaines liés aux accessoires équipant ces machines.

Ces actions ne sont pas les seules car depuis 1979, le Groupement a également publié 15 ouvrages dont 10 sont aujourd'hui épuisés et 3 parus récemment : « La préparation des échantillons pour la MEB » publié en 2011, « EBSD : Analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés » publié en 2015 et « Microscopie électronique à balayage et microanalyses – nouvelle édition » paru fin 2018.

Toutes ces activités, principalement au service des utilisateurs membres du Groupement, n'ont pu être réalisées que par le soutien, les interventions, l'investissement, toujours bénévoles, des membres du Conseil du GN-MEBA

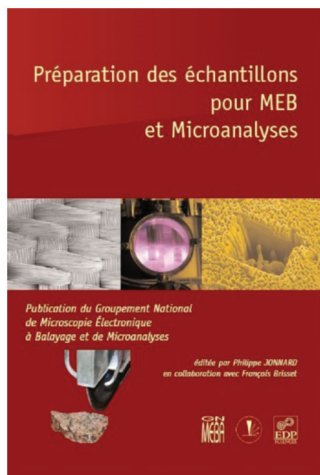
Publications

et d'un grand nombre de membres du Groupement, des personnels des laboratoires d'accueil (écoles d'été et journées thématiques), et bien sûr des collaborateurs des fournisseurs d'équipements scientifiques (lors des réunions pédagogiques, des écoles d'été et de la parution des nouveaux ouvrages). Tous ces échanges font la vie du groupement depuis 60 ans, que tous les participants en soient ici tous remerciés.

2 Les ouvrages

Pour revenir sur les ouvrages, la plupart d'entre eux correspondent à des publications qui font suite à des journées pédagogiques. De fait, il s'agit de tous les ouvrages sauf les deux éditions de la bible : « Microscopie électronique à balayage et microanalyses ». Tous ces ouvrages sont disponibles sur le site de vente en ligne de EDP Sciences¹.

Décrivons brièvement les 3 derniers ouvrages parus (voir figures ci-dessous) :



– Le premier concerne la préparation des échantillons [2]. Cela ne semble pas toujours important au premier abord pour les débutants. Pourtant, il s'agit très souvent d'une étape primordiale à toute observation ou analyse. Pour noter quelques exemples, citons le nettoyage. Que va mettre en valeur un spectromètre EDS si la surface d'un échantillon a été touchée avec les doigts: C, O, F, Na, P, S, Cl, K, Ca, pour ne noter que ces éléments. Difficile alors d'être confiant dans son analyse qu'elle soit qualitative ou a fortiori quantitative. De plus, rien qu'un mauvais nettoyage va augmenter le temps de pompage de la chambre échantillon et des traces de contamination seront de plus en plus visibles. Que dire de l'analyse d'échantillons non conducteurs solides sans métallisation. Il est quasiment

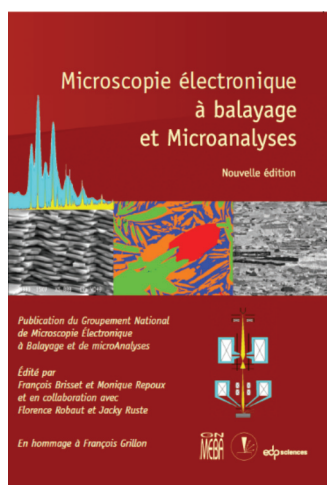
impossible de réaliser des images sauf éventuellement de disposer d'un MEB équipé d'une chambre à pression contrôlée ou de travailler à très basse tension et faible courant grâce à un canon FEG. Mais que dire alors des analyses EDS, très difficiles... Soit il y aura des perturbations liées à l'élargissement du faisceau, soit les atomes ne seront pas ionisés car les électrons les plus liés ne pourront être éjectés et dans ce cas les raies caractéristiques intéressantes ne seront pas présentes. Il y a tant à dire qu'un livre a été écrit développant un grand nombre de chapitres (contamination et nettoyage, la découpe, l'enrobage, le polissage, le décapage, la métallisation, les échantillons minces, la préparation par FIB, le marquage par lithographie, la fixation, la conservation). Mais bien d'autres sujets pourraient être exposés et décrits. Cela a d'ailleurs fait l'objet d'une autre série de conférences pédagogiques en 2018 et pourrait faire l'objet d'une seconde édition du précédent ouvrage.



– Le GN-MEBA publie également des ouvrages sur des techniques spécifiques. Cela a été le cas en 2004 puis de nouveau en 2016 avec l'EBSD (analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés) [3]. Ces ouvrages faisaient également suite à des réunions pédagogiques. En 2008, deux à trois chapitres concernaient la technique par elle-même et le reste de l'ouvrage concernait plutôt des applications relatives à différents matériaux. Le dernier ouvrage s'est davantage concentré sur la technique afin d'être complémentaire du premier. En effet, cette technique relativement récente s'est développée dans les laboratoires au début des années 1990, et est devenue courante depuis les années 2010. Il faut noter néanmoins qu'elle n'est pas aussi répandue que l'EDS, n'étant pas aussi universelle. Une large introduction

¹<https://laboutique.edpsciences.fr/editeur/12/GN-MEBA>

a dressé un éventail à la fois théorique et applicatif. L'historique de la technique a été présenté depuis les premiers clichés observés en 1928 à l'aide d'un canon à électrons par S. Kikuchi jusqu'aux derniers développements. Ont ensuite été exposées des méthodes de préparation généralement très spécifiques et primordiales compte tenu de la zone effective d'où provient le signal générant les figures de diffraction. D'autres chapitres ont décrit toutes les conditions opératoires nécessaires à des expériences réussies: sur l'EBSD à chaud, lors d'essais mécaniques, le couplage avec l'EDS, le Raman ou encore le FIB pour des expérimentations 3D, l'analyse des échantillons minces, les matériaux isolants et l'EBSD à haute résolution angulaire. De plus, il a aussi été question de comparer l'EBSD à la diffraction des rayons X, à la diffraction électronique et à la diffraction de Kossel afin de comprendre les différences et les complémentarités de toutes ces techniques;



– En 1978 est paru le premier ouvrage directement issu de la première école d'été du Groupement. Ce livre, regroupait dans ses chapitres, les cours mais aussi les travaux dirigés ayant eu lieu lors de l'école. En 2006, ce livre, ayant par ailleurs eu une version en langue anglaise, était depuis très longtemps épuisé. Le Groupement a alors décidé, suite à une autre école d'été, de publier un nouvel ouvrage général sur la microscopie électronique à balayage et des techniques associées. Cet ouvrage a nécessité deux ans d'un travail assidu et est paru en 2008; il a immédiatement été considéré comme la bible du MEB, et avait été publié à 1000 exemplaires. Dix ans plus tard il était de nouveau épuisé et en 2018 est parue une nouvelle édition de cet ouvrage de plus de 1000 pages [4]. Il décrit aussi bien les interactions électrons-matière que

la colonne électronique et ses processus magnétiques mis en jeu, que les systèmes de vide et les types de pompes utilisées. En fait, il est composé 45 chapitres et compléments pratiques issus des cours dispensés durant l'école, des travaux dirigés sur équipements et des chapitres technologiques complémentaires.

Ainsi, l'ensemble des bases théoriques (interactions électrons-matière, rayonnement X), les principales caractéristiques techniques (canon, optique électronique, détecteurs, vide et maintenance), ainsi que des compléments pratiques d'utilisation liés à ces disciplines sont développés dans cet ouvrage. Les microscopes électroniques sous haute vide ou vide contrôlé sont aussi amplement détaillés, de même que les microanalyses EDS et WDS et que l'EBSD. En parallèle de ces chapitres primordiaux, d'autres techniques d'analyse ou d'observation sont abordées, tels l'analyse TKD et l'imagerie 3D, le FIB, les simulations Monte-Carlo et les essais in situ, l'ECCI et la micro-analyse des couches minces. Des notions sur les échantillons biologiques, la spectrométrie Raman ou la cathodo-luminescence sont aussi présentées.

Ce volume en langue française, unique, est particulièrement recommandé aux expérimentateurs qu'ils soient techniciens, ingénieurs ou chercheurs. Il a été écrit par les enseignants de l'école d'été et d'autres spécialistes, tous ingénieurs ou chercheurs et experts dans leur domaine. Il intéressera tout aussi bien les spécialistes en science des matériaux (durs ou mous, conducteurs ou non-conducteurs, stratifiés, etc.), les chimistes et physiciens, les géologues et biologistes, etc. désireux de s'investir dans toutes ces techniques d'imagerie et d'analyse, afin d'en exploiter pleinement tous les potentiels. En effet, la microscopie électronique à balayage et les microanalyses associées sont impliquées dans des domaines extrêmement variés, aussi bien dans les milieux académiques que dans les milieux industriels. Et nous noterons que cette diversité se retrouve d'ailleurs dans le public présent lors de toutes les activités du Groupement [<http://www.gn-meba.org/>].

Références

1. R. Castaing, Application des sondes électroniques à une méthode d'analyse ponctuelle, chimique et cristallographique, Thèse, 1951
2. GN-MEBA, Préparation des échantillons pour MEB et Microanalyses, ISBN 978-2-7598-0676-8
3. GN-MEBA, EBSD : Analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés – Applications et techniques couplées, ISBN 978-2-7598-1912-6
4. GN-MEBA, Microscopie électronique à balayage et microanalyses, ISBN 978-2-7598-2322-2