

Introduction

Laurent Maniquet, Monique Repoux, Jacky Ruste, Francine Roussel-Dherbey

La caractérisation poussée des matériaux est un besoin permanent dans de nombreux domaines et ce n'est pas le développement des méthodes de modélisation et de simulation numérique qui va totalement modifier cet état de fait. Il est en effet bien difficile de prévoir le comportement d'un matériau par un code de calcul sans avoir à introduire un certain nombre grandeurs physicochimiques adéquates, et la validation des résultats obtenus ne peut se faire pleinement sans une comparaison avec l'expérience...

Cette caractérisation, indispensable, peut être visuelle : état de surface, topographie, taille de grains des métaux, observation des défauts (fissurations, endommagements, fractures, etc.), porosité des céramiques, formes et répartition des charges dans les polymères, observation des nanomatériaux ou des cellules biologiques. Elle peut aussi être chimique : analyse locale de phases, d'inclusions, d'impuretés, ou encore cristallographique. Ce ne sont là que quelques exemples.

Depuis son apparition, le microscope électronique à balayage (MEB) s'est révélé être un puissant outil de caractérisation des matériaux, en particulier pour la topographie des surfaces. Si c'est avant tout un « microscope », c'est à dire un instrument d'observation, il prouve, on le verra tout au long de cet ouvrage, qu'il est bien plus encore ! Le terme « électronique » témoigne de l'utilisation d'électrons et celui de « balayage » rappelle que c'est au cours du déplacement du faisceau d'électrons sur la surface de l'échantillon que se construit l'image de l'échantillon sur l'écran de visualisation. Cette technique, fondée principalement sur la détection des signaux émergents d'une zone proche de la surface de l'échantillon sous l'impact d'un faisceau d'électrons, permet d'obtenir des images avec, d'une part, un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm (sur les derniers MEB-FEG), et d'autre part, une grande profondeur de champ.

La détection des signaux comprend la mesure de l'intensité des électrons secondaires émis et rétrodiffusés par l'échantillon, mais aussi l'analyse des photons X générés en fonction de leur énergie (EDS) ou de leur longueur d'onde (WDS), l'analyse des photons ultraviolet, visible et infrarouge avec la cathodoluminescence, l'analyse des directions suivant lesquelles diffractent les électrons rétrodiffusés (EBSD), qui vont nous donner, après traitement des données, des informations sur, la topographie, la composition chimique et/ou l'orientation cristallographique des matériaux... C'est aussi le traitement des données qui permet d'appréhender l'analyse d'échantillons stratifiés ou de reconstituer des images en 3 dimensions.

Ainsi, les multiples possibilités de détection et d'exploitation des signaux permettent à de nombreuses techniques annexes de se développer, en faisant du MEB un outil de première importance.

1. De la microscopie optique à la microscopie électronique

Compte tenu de la nature ondulatoire de la lumière, le pouvoir séparateur d'un microscope optique est donné par la formule d'Abbe [1] :

$$\delta = \frac{0,61 \lambda}{n \sin \alpha} \quad (1)$$

avec λ la longueur d'onde dans l'espace entre l'objet et la lentille objectif, α le demi-angle d'illumination (côté objet), et n l'indice de réfraction du milieu objet.

δ est le pouvoir séparateur ultime lorsqu'on suppose que les lentilles sont parfaites, c'est à dire dépourvues d'aberrations. Ces conditions peuvent être atteintes pour des optiques en verre.

Dans le microscope optique, l'ouverture angulaire est très grande ($\alpha = 70^\circ$). Si on immerge l'objet dans un liquide d'indice voisin de celui de la face d'entrée de l'objectif ($n = 1,5$) on obtient, avec $\lambda = 0,5 \mu\text{m}$, un pouvoir séparateur ultime de l'ordre de $0,2 \mu\text{m}$ (200 nm), ce qui correspond à un grossissement utile de 500 fois. En utilisant des ultraviolets, on peut atteindre une résolution de l'ordre de 100 nm ce qui correspond à un grossissement utile de 1000 fois et qui constitue la limite en optique photonique.

Pour améliorer le pouvoir séparateur, il faut utiliser des longueurs d'ondes beaucoup plus petites. C'est grâce aux découvertes du début du siècle dernier, que les scientifiques eurent l'idée d'utiliser, pour explorer l'infiniment petit, des faisceaux d'électrons. En effet, la longueur d'onde associée à des électrons accélérés par un potentiel V_0 est donnée par une relation tirée de celle de De Broglie :

$$\lambda = \frac{h}{mv} \tag{2}$$

h est la constante de Planck, m la masse de l'électron et v la vitesse de l'électron.

La vitesse est reliée à l'énergie de la particule par la relation :

$$\frac{1}{2}mv^2 = eV_0 \tag{3}$$

d'où
$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2em V_0}} \sim \sqrt{\frac{150}{V_0}} \text{ avec } \lambda \text{ en } \text{\AA} \text{ et } V \text{ en volts} \tag{4}$$

Pour un potentiel de 100 kV, la longueur d'onde associée est de 0,004 nm ; à 20 kV la longueur d'onde associée est de 0,008 nm. Ce calcul non relativiste montre que la longueur d'onde d'un électron accéléré par un potentiel de 100 kV est bien plus petite que la distance entre atomes (qui est de l'ordre de 0,2 à 0,5 nm). De la même manière qu'en optique photonique on utilise des lentilles de verre, en microscopie électronique on utilise des lentilles électrostatiques ou électromagnétiques. Ces lentilles sont imparfaites et, pour limiter leurs aberrations, il faut utiliser de très petits angles d'ouverture : $\sim 10^{-2}$ radians ($\sim 0,6$ degrés), ce qui a comme heureuse conséquence de doter ces instruments d'une grande profondeur de champ.

C'est ainsi qu'en 1932, M. Knoll (1897-1969) et E. Ruska (1906-1988), de l'Université Technique de Berlin, ont conçu le 1^{er} microscope électronique en transmission (MET) permettant d'obtenir, à quelques milliers de volts, une résolution de quelques dizaines de nanomètres. Aujourd'hui, les meilleurs microscopes électroniques à balayage (MEB) atteignent une résolution de l'ordre de 0,5 nm à 30 kV.

Le microscope électronique à balayage est un instrument dont la vocation est de créer des images agrandies d'une zone d'un objet, afin que l'œil puisse appréhender des détails de cet objet qui sont trop petits pour être observés à l'œil nu. Il ne faut pas oublier que nos yeux sont les outils d'observation des images et c'est notre cerveau qui ensuite interprète et juge ces images. Les yeux possèdent trois propriétés importantes pour l'observation d'images fixes ou en mouvement :

- le temps de rémanence d'une image sur la rétine est d'environ $1/24^{\text{ème}}$ de seconde : c'est la raison pour laquelle un écran de télévision est balayé 25 fois par seconde et qu'au cinéma la pellicule défile à raison de 24 images / secondes,
- l'œil humain est un formidable outil d'observation des images en couleurs : il peut distinguer des dizaines de milliers de nuances de couleur mais il est un piètre outil pour l'observation des images en noir et blanc. L'œil peut séparer entre 16 et 20 niveaux de gris,
- le pouvoir séparateur de l'œil est d'environ 0,1 mm à 250 mm de distance d'observation.

La figure 1 résume les échelles de grandeurs accessibles avec différents types d'instruments.

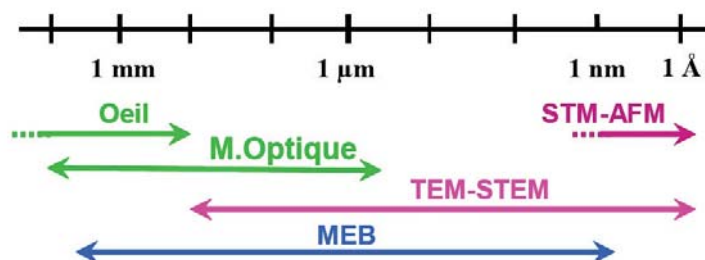


Figure 1 : Echelles accessibles avec différents instruments.

2. Principe de fonctionnement du MEB

Le principe du microscope électronique à balayage est de faire correspondre le déplacement d'un faisceau d'électrons focalisé sur un échantillon de façon synchrone avec le déplacement d'un faisceau d'électrons sur un écran cathodique [2].

Lorsque le faisceau d'électrons d'énergie E_0 pénètre dans un échantillon solide, il subit un certain nombre d'interactions, élastiques et inélastiques. Les interactions élastiques, principalement avec le noyau, induisent en outre des variations plus ou moins brutales de la direction des électrons incidents (« diffusion »). La résultante de ces interactions induit pour chaque électron une « trajectoire électronique », de longueur finie et de forme aléatoire. Les interactions inélastiques provoquent une perte progressive de son énergie, pour une grande part par transfert aux électrons des orbitales atomiques, provoquant excitation et ionisation des atomes présents, et pour une moindre part par perte radiative lors de l'interaction avec le noyau (rayonnement de freinage appelé souvent *Bremsstrahlung*).

Les principales émissions électroniques et électromagnétiques dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon sont présentées sur la figure 2.

Parmi la vaste gamme de signaux, on peut distinguer [3] :

- les électrons secondaires qui sont issus de l'interaction inélastique des électrons primaires avec les électrons orbitaux (en particulier les électrons de valence). Les électrons secondaires possèdent en moyenne une énergie de l'ordre de quelques électrons-volts (figure 3)
- les électrons rétrodiffusés qui proviennent du faisceau primaire et qui ont une énergie comprise entre 0 et E_0 , la plupart n'ayant subi qu'un nombre limité de chocs élastiques ou quasi élastiques (figure 3)
- les électrons Auger, absorbés, transmis,
- les photons : X, visible, UV, IR...
- les paires électrons-trous (semi-conducteurs)

La brillance du spot à l'écran est proportionnelle au courant provenant d'un capteur spécifique de l'un quelconque des signaux résultant de l'interaction du faisceau primaire avec le matériau : électrons secondaires, rétrodiffusés, photons... A priori n'importe quel signal engendré par l'interaction peut-être utilisé pour former une image, dans les limites imposées par 3 conditions :

- signal assez intense pour sortir du bruit (détecteur approprié...),
- signal produit ou enregistré dans un temps assez court (par rapport à la vitesse de balayage)
- signal traduisant une caractéristique utilisable et identifiable du point bombardé.

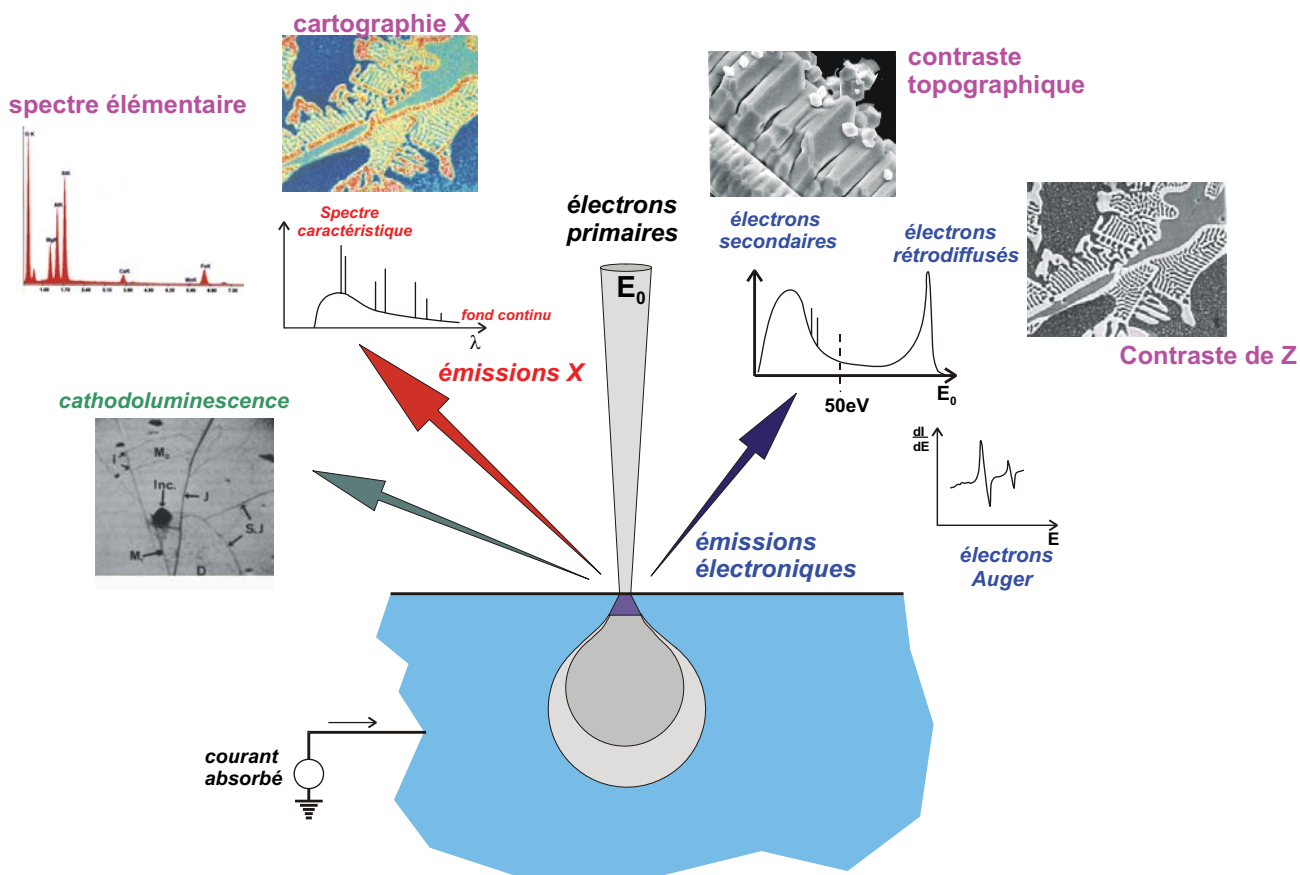


Figure 2 : Principales émissions électroniques et électromagnétiques dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon

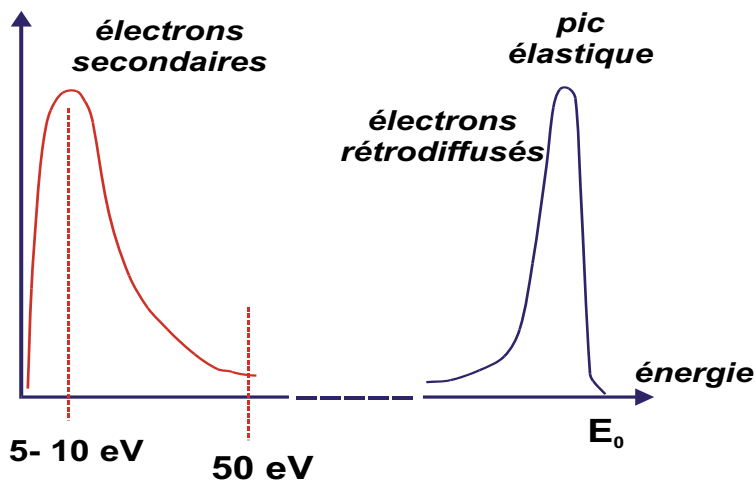


Figure 3 : Spectre énergétique de l'émission électronique

Comme le montre la figure 4, le grandissement obtenu dans un MEB est donné par le rapport de la longueur L de la ligne de balayage horizontale de l'écran (L étant une grandeur fixe) à la longueur l de la ligne horizontale balayée par le faisceau d'électrons primaire sur l'échantillon (l étant variable).

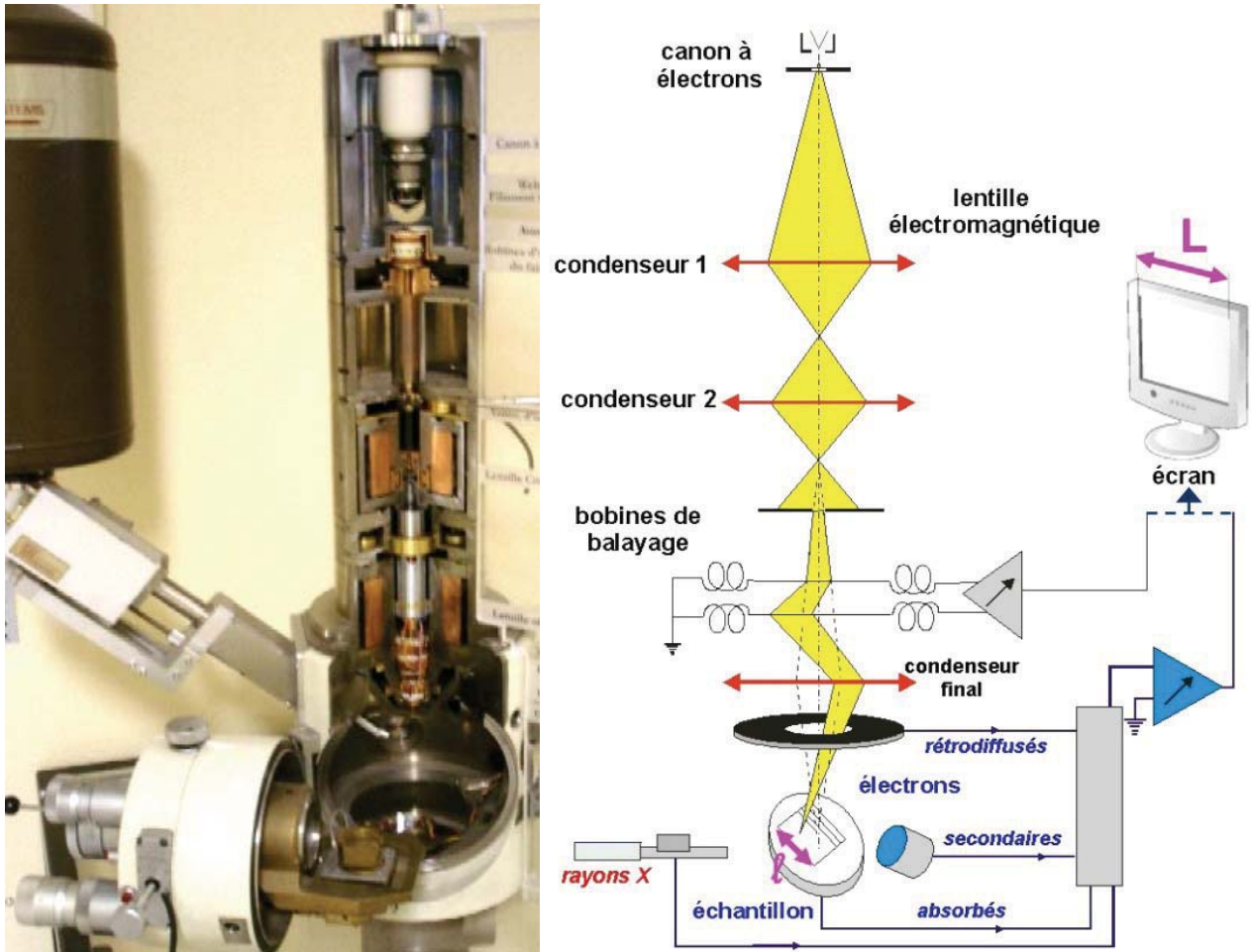


Figure 4 : Coupe d'une colonne Jeol 35CF (document CMTC) et schéma de principe du microscope électronique à balayage

Comme le schématise la figure 4, un microscope électronique à balayage est constitué principalement par :

- une colonne maintenue sous un vide secondaire
- une source d'électrons appelée canon et d'un dispositif de haute tension, accélérateur des électrons [4, 5, 6]
- un ensemble de lentilles électromagnétiques appelés condenseurs destiné à former un pinceau fin et intense
- une lentille électromagnétique finale appelée « objectif » qui permet de focaliser le faisceau sur la surface à examiner
- un diaphragme objectif
- un dispositif de déflexion piloté par un générateur de balayage
- une platine porte-objet mobile
- des détecteurs [7, 8]
- un système de visualisation d'image couplé de manière synchrone au même générateur de balayage

3. Historique du MEB et de la microanalyse

Le premier appareil doté d'un système de balayage a été conçu en 1935 par M. Knoll lors de travaux sur les tubes cathodiques de téléviseurs pour la Telefunken Company (figure 5a). Le grandissement atteint ne dépassait pas un facteur 10. Trois ans plus tard, M. Von Ardenne (1907-1997) équipe de bobines de balayage un microscope en transmission (STEM) ayant une taille de sonde sub-micronique, mais abandonne ses travaux dans ce domaine avec l'arrivée de la seconde guerre mondiale. Le premier microscope électronique à balayage pour échantillons massifs est développé en 1942 aux États-Unis (Laboratoire RCA) par V. Zvorykine (1889-1982), J. Hillier (1915-2007) et R.L. Snyder. Dans les premières versions, le balayage était obtenu par déplacement électro-mécanique de l'échantillon. Le canon à électrons est alors situé dans la partie basse et la chambre à échantillon à hauteur de travail, configuration qui sera abandonnée car elle présentait le risque de voir tomber l'échantillon dans la colonne ! Les résultats peu encourageants, contrairement à ceux obtenus en microscopie à transmission, font que la RCA n'a pas donné suite à ces projets.

C'est grâce aux progrès successifs de l'optique électronique, de l'électronique, des techniques de visualisation et surtout de la détection des électrons de faible énergie (construction du détecteur d'électrons secondaires par deux étudiants de Cambridge, Everhart et Thornley en 1960), que le premier microscope électronique à balayage (Stereoscan Mark1, figure 5b) est commercialisé en 1965 par la Cambridge Instrument Company en Angleterre. Six mois plus tard, Jeol commercialise le JSM1 au Japon.

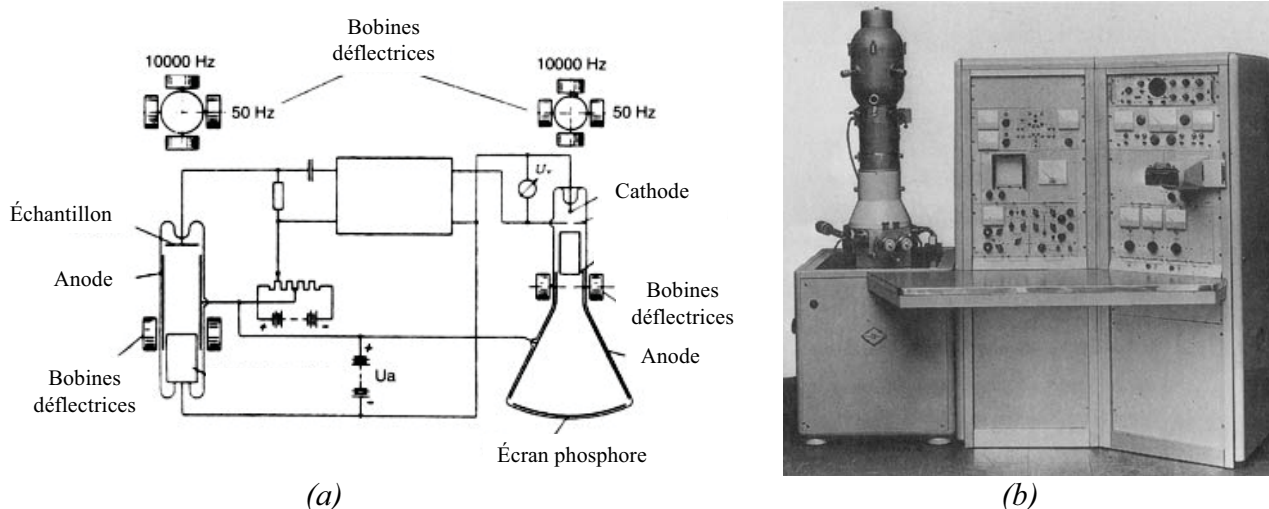
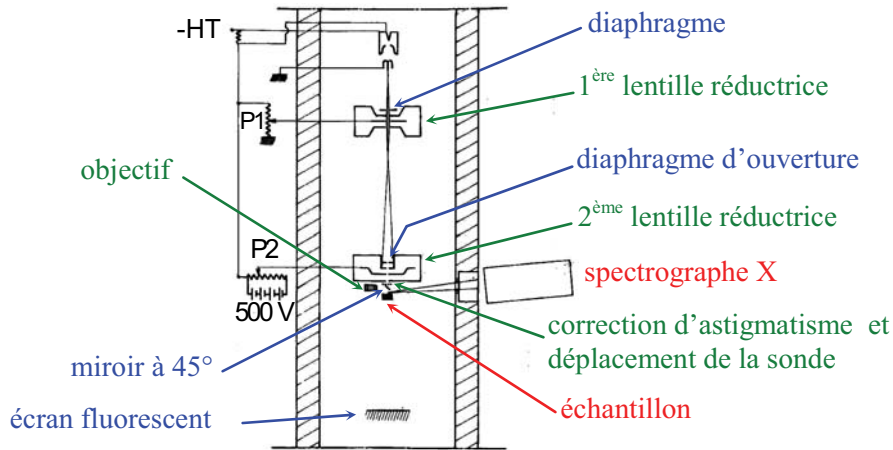
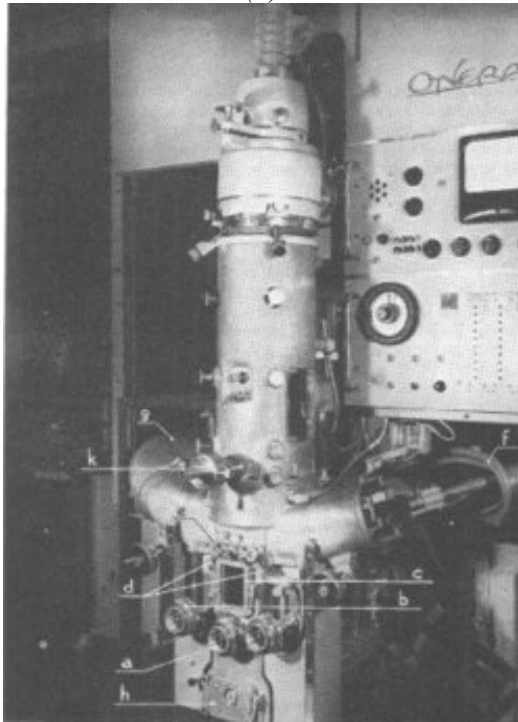


Figure 5 : (a) Schéma de principe du premier appareil conçu en 1935 par Knoll, (b) photographie du premier microscope électronique à balayage commercialisé en 1965.

Bien que l'émission d'un rayonnement X par un matériau sous l'effet d'un bombardement d'électrons ait été découverte au tout début du vingtième siècle, la microanalyse doit son développement à l'utilisation du spectromètre à cristal courbé et aux travaux de thèse de R. Castaing (1921-1998) en 1951 à l'ONERA (figure 6) sur l'« Application des sondes électroniques à une méthode d'analyse ponctuelle chimique et cristallographique » [9]. Il établit les règles de correction pour tenir compte des effets d'absorption et de fluorescence et montre ainsi qu'il est possible d'obtenir la concentration d'un élément dans un alliage en étalonnant l'appareil avec un échantillon massif contenant le même élément. La société française Cameca commercialise la première microsonde (MS85) en 1958, suivie rapidement par Hitachi, Jeol, Philips, ARL, etc.



(a)



(b)

Figure 6 : (a) Schéma du premier microanalyseur à sonde électronique de R. Castaing (1948), (b) prototype de la microsonde de Castaing

Depuis les premiers MEB, que de modèles mis sur le marché [10] ! MEB conventionnels, MEB à effet de champ, MEB à pression contrôlée, etc. (figure 7). Les développements actuels suivent principalement trois directions : l'accroissement de la résolution pour satisfaire aux exigences d'observation des nanomatériaux, l'introduction de gaz au niveau de la chambre pour la réalisation d'expériences in situ, l'observation d'échantillons à fort taux d'humidité, taux de dégazage, ou tout simplement non-conducteurs, et l'automatisation pour une plus grande facilité d'utilisation. Si cette dernière tendance est vraie pour tous les instruments, elle est poussée à l'extrême avec l'arrivée des « MEB de table », appareils très compacts et pré-réglés pour des utilisations de routine. Cette liste resterait incomplète en ne mentionnant pas les systèmes à double faisceau (faisceau d'électrons et faisceau d'ions) qui, en plus des fonctionnalités d'un MEB, permettent de réaliser du micro-usinage : gravure, dépôt, sections à des endroits précis d'un échantillon, lames minces pour microscopie à transmission, etc.



Figure 7 : L'évolution des MEB (Documents FEI, Hitachi, Jeol, Tescan, Zeiss)

4. Les images obtenues

Il est admis que le pouvoir séparateur de l'œil humain, observant une photographie de 100 mm x 100 mm est de l'ordre de 0,1 mm. Toute image analogique de 100 mm x 100 mm, pour être nette, doit être constituée de lignes de 0,1 mm de largeur (1000 lignes minimum). De même, toute image numérique de 100 mm x 100 mm doit être constituée de points de 0,1 mm de diamètre (1000 points x 1000 points au minimum). Dans ces conditions, pour conserver la correspondance entre le balayage écran et le balayage échantillon, le faisceau d'électrons doit décrire la zone balayée sur l'échantillon par le même nombre de lignes que le nombre de lignes de l'écran vidéo. Le diamètre du faisceau sur l'échantillon doit donc diminuer lorsque le grandissement augmente et c'est là le rôle fondamental de la colonne du microscope, afin qu'à un point objet corresponde toujours un point image sur l'écran ou sur le document final.

La figure 8 montre les diamètres des points objets qu'il faut obtenir en faisant varier le diamètre du spot grâce à la colonne du microscope pour respecter si possible ce principe.

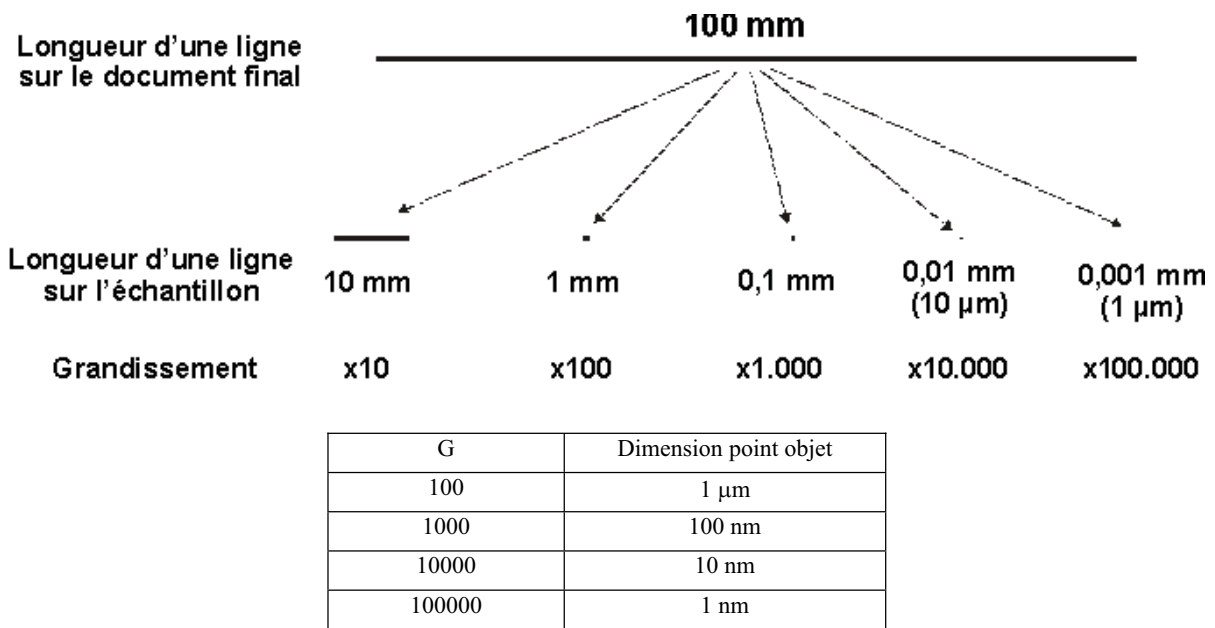


Figure 8 : Schéma montrant le principe du grandissement sur une image de 100 mm x 100 mm et tableau correspondant indiquant la taille théorique du point objet sur l'échantillon (résolution apparente sur l'échantillon) permettant d'espérer une image nette.

Si en microscopie électronique à balayage, la limite inférieure de la résolution spatiale est donnée par le diamètre de la sonde électronique et ses caractéristiques (intensité...), il ne faut pas oublier que la résolution spatiale réelle est liée à la dimension de la zone émettant le signal donnant l'image lors de l'interaction avec le faisceau électronique [11].

L'image est formée en modulant point par point la brillance de l'écran d'observation par l'intensité du signal issu du détecteur approprié et selon un balayage synchrone avec celui de l'échantillon. La durée totale du balayage doit être suffisante pour former une image de qualité (pour l'œil), c'est-à-dire suffisamment lumineuse, nette et contrastée. Le « bruit » non significatif qui apparaît sur l'image résulte pour une part du caractère aléatoire de l'émission électronique utilisée pour former l'image et pour une autre part du « bruit » parasite dû à la chaîne de détection elle-même. Il se traduit pour l'observateur par une impression d'image « neigeuse », soumise à des fluctuations non significatives [12, 13, 14].

D'un point de vue technologique, le filtrage du bruit est effectué en limitant les fréquences élevées de la bande passante des amplificateurs vidéo. Ce filtrage est pratiquement toujours optimisé par les constructeurs en fonction des vitesses de balayage ligne ou image. Le rapport signal

sur bruit est donc amélioré, soit en diminuant les vitesses de balayage, soit, pour les appareils les plus récents, en utilisant un système de moyenne d'images qui minimise la part du bruit en raison de son caractère aléatoire.

La résolution est habituellement un critère important lors de l'acquisition d'un microscope. Mais cette mesure est très subjective car elle dépend non seulement des performances du microscope (taille de sonde) mais également de l'objet observé, de la nature du signal recueilli et des moyens d'observation. Il n'existe pas à l'heure actuelle de norme pour déterminer la résolution d'un MEB. La limite de résolution représente la distance minimale entre deux détails de la surface que l'on peut séparer sur l'image. Le contraste fixant le courant minimal, il fixe donc aussi la résolution maximale. C'est pourquoi les tests de résolution qui apparaissent dans les documents constructeurs de MEB sont réalisés généralement en électrons secondaires sur un échantillon particulier, par exemple de la bande magnétique ou un dépôt d'or sur carbone, deux détails voisins étant alors recherchés sur le document photographique. Ces objets présentent un contraste important favorable à des tests de résolution.

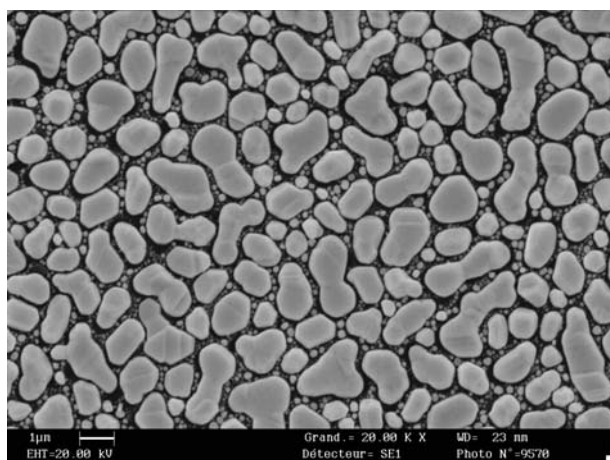


Figure 9 : Test de résolution : exemple de micrographie prise en électrons secondaires sur un échantillon de particules d'or déposées sur un substrat de graphite (MEB conventionnel).

5. Conclusion

Un microscope électronique à balayage est un ensemble d'éléments indépendants ayant chacun un rôle spécifique. Il ne faut pas oublier que, dans un microscope électronique à balayage, toutes les actions sur le faisceau d'électrons incidents sont obtenues au moyen de lentilles et de bobines électromagnétiques et, pour une excitation donnée de ces éléments, les trajectoires et l'amplitude des déviations des électrons sont fortement dépendante de l'énergie de ces électrons, ce qui est très contraignant puisque le microscope peut être amené à fonctionner avec des tensions comprises entre une centaine de volts et quelques dizaines de kilovolts. Ainsi, la déflexion de la trajectoire des électrons par un champ magnétique est liée à leur énergie. Une variation de la tension d'accélération entraîne donc à la fois une variation de grandissement par modification de la surface balayée et un déplacement du plan de focalisation du faisceau. De même, les modifications d'autres paramètres, comme la distance de travail, l'excitation des condenseurs, entraînent des effets secondaires qui altèrent l'image.

Les premiers microscopes électroniques à balayage comportaient des réglages séparés pour agir sur les différents paramètres de fonctionnement et l'opérateur devait intervenir pour corriger les nombreuses interférences entre ces réglages lors des changements de conditions opératoires.

Grâce aux progrès de la technologie, les microscopes électroniques à balayage ont beaucoup évolué depuis 1965, même si le principe de base de formation de l'image reste inchangé. Cette évolution est liée au développement de l'informatique (numérisation apparue à la fin des années

1980, traitement 3D des images...) mais aussi au développement des canons à effet de champ, qui permettent d'améliorer considérablement la résolution même à basse tension, de nouvelles optiques électroniques et de nouveaux détecteurs qui ouvrent de nouvelles perspectives. A l'inverse des MEB classiques, il n'y a plus d'architecture unique pour les microscopes équipés d'un canon à effet de champ. Ces microscopes sont optimisés en fonction des applications recherchées et la réponse ou plutôt les réponses en matière de détection sont spécifiques à chaque instrument.

La tendance actuelle est de mettre à la disposition des utilisateurs des appareils dont les réglages sont très automatisés [15]. L'automatisation concerne d'une part les compensations à apporter aux réglages en fonction de la tension d'accélération, de l'excitation des condenseurs ou bien de la distance de travail, et d'autre part, les automatismes de fonctionnement comme la focalisation automatique. Même si les compensations deviennent de plus en plus souvent transparentes pour l'utilisateur, il convient de ne pas oublier les phénomènes physiques qui sont mis en jeu dans une colonne.

En résumé, la microscopie électronique à balayage est une technique d'investigation de la surface d'échantillons massifs avec, pour principales caractéristiques :

- une grande résolution spatiale (de l'ordre du 1 nm)
- des possibilités de grossissements continus, de x10 à x100 000 et plus
- une très grande profondeur de champ : spectaculaire "effet de relief"
- une grande richesse d'information en imagerie (attention aux risques d'artéfacts et d'erreurs d'interprétation !)
- la possibilité d'analyse chimique élémentaire
- peu ou pas de préparation d'échantillon mais l'échantillon est sous vide et soumis à un bombardement électronique ce qui peut poser un problème pour les échantillons fragiles ou isolants
- une simplicité d'utilisation
- un vaste domaine d'utilisation (de la métallurgie à la biologie)

Tous ces points seront largement illustrés et développés dans les chapitres qui composent cet ouvrage.

Références

- [1] J. GARDEN, J. RUSTE, M. TROYON, *Microscopie électronique à balayage : technologie et fonctionnement des colonnes*, Ecole d'été ANRT, Montpellier, (2001)
- [2] H. PAQUETON, J. RUSTE, *Microscopie électronique à balayage. Principe et équipement*. Techniques de l'Ingénieur, P 865v2 (2006)
- [3] L. REIMER « Scanning Electron Microscopy », Springer Series in Optical Sciences, Springer-Verlag, (1985).
- [4] F. ROUSSEL-DHERBEY, *Les canons à électrons en microscopie électronique à balayage*, cet ouvrage Ecole d'été GNMEBA, Grenoble, (2006)
- [5] B. VU THIEN, *Les sources d'électrons*, Conférence, Réunion GN-MEBA des 2 et 3 décembre 2004, Paris, (2004)
- [6] J.I. GOLDSTEIN, D.E. NEWBURY, P.ECHLIN, D.C.JOY, A.D. ROMIG, C.E. LYMAN, C. FIORI, E. LIFSHIN, *Electron Optics, Scanning, Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis* (Second Edition), Plenum Press, New York, 21-40, (1992)
- [7] F. GRILLON, « Les détecteurs utilisés dans le microscope électronique à balayage », cet ouvrage, Ecole d'été GNMEBA, Grenoble (2006).

- [8] E. VICARIO, “Détection et traitement des signaux électroniques” dans “Microanalyse, microscopie électronique à balayage”, Ecole d’été de St Martin d’Hères, Les éditions de Physique ; (1978).
- [9] R. CASTAING, « Application des sondes électroniques à une méthode d’analyse ponctuelle chimique et cristallographique ». Thèse de doctorat d’état, Université de Paris (1952).
- [10] F. CHARLOT, L. MANIGUET, F. ROBAUT, F. ROUSSEL-DHERBEY, *Le point sur la microscopie électronique à balayage*, Spectra Analyse, Vol.33, N°238, 28-39, (2004)
- [11] J.I. GOLDSTEIN, D.E. NEWBURY, P. ECHLIN, D.C. JOY, C.E. LYMAN, E. LIFSHIN, L. SAWYER, J.R. MICHAEL, *Electron Guns, Scanning, Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis* (Third Edition), Plenum Press, New York, 29-40, (2003)
- [12] J. GARDEN, J.M. CHAIX, M. LABEAU “MEB : optimisation de l’image”, Travaux pratiques de microscopie électronique à balayage et de microanalyse X, ANRT, Paris, (1994).
- [13] M. CHAMPIGNY, J. RUSTE « Optique électronique, principes et réglages pratiques » dans « Pratique du microscope électronique à balayage », ANRT, Paris, (1985).
- [14] A ROSE, « Vision : human and electronic », Plenum Press, (1973).
- [15] R. MOLINS « Automatisation des microscopes électroniques à balayage », Travaux pratiques de microscopie électronique à balayage et de microanalyse X, ANRT, Paris, (1994).