

Microscopie photonique

préparation et observation métallographiques

Jean-Michel LAGO
Photonsud

*150 ans de Métallographie
à toutes les échelles*

21 mars 2014

Maison des mines 270 rue St Jacques 75005 Paris

Avertissements

- ✓ **Noms ou marques citées:**
aucun intérêt commercial ou publicitaire.

- ✓ **Plusieurs segments dans le marché de la microscopie.**
On ne considèrera que la Recherche.

1er constat: la production optique au XIXème

- La microscopie très développée dans la vieille Europe,
- Toute la production est "artisanale", sans norme,
- De nombreux fabricants en France, Angleterre et Allemagne, certains avec un avenir industriel.

en France

1831 Chevalier
1839 Nacet
1883 Pellin

en Angleterre

1847 Smith & Beck
Power & Lealand ...

en Allemagne

1846 Zeiss
1849 Kellner
1869 Leitz

en Autriche

1876 Reichert

aux USA

1853 Bausch & Lomb

au Japon

1917 Nikon
1920 Olympus

- **date à retenir**

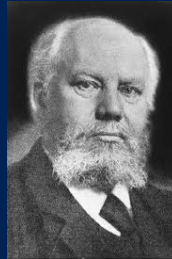
- **1873 Ernst Abbe explicite la formation de l'image dans un microscope et fixe les limites de la résolution d'un système optique.**



Zème constat: l'iconographie



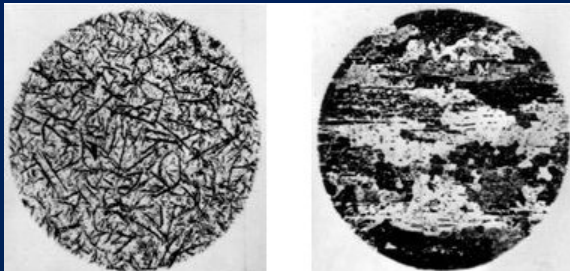
Sorby (1826-1908)



Martens (1850-1914)



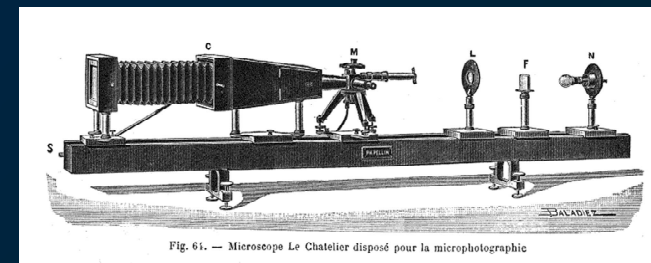
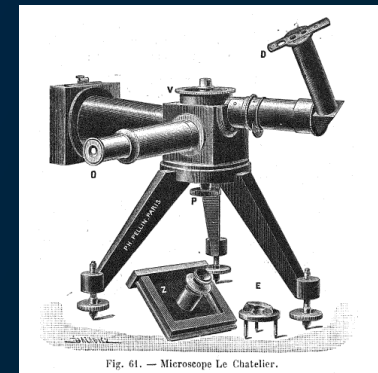
Le Chatelier (1850-1936)



Optical micrographs of etched cast iron and iron armour



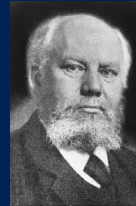
1899: système basé sur le design de Martens



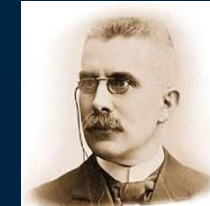
3ème constat: l'éclairage



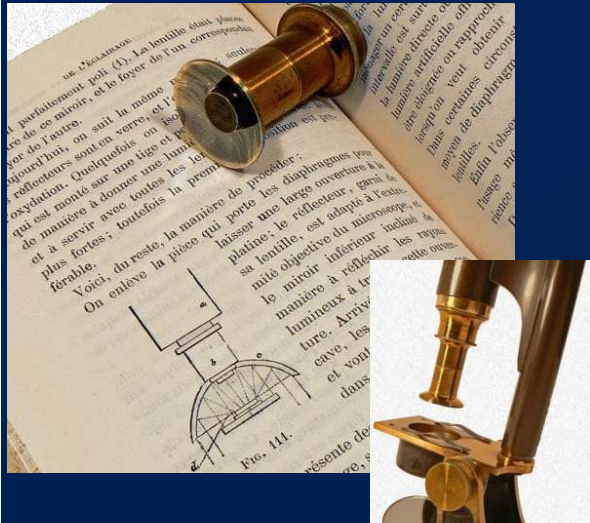
Sorby (1826-1908)



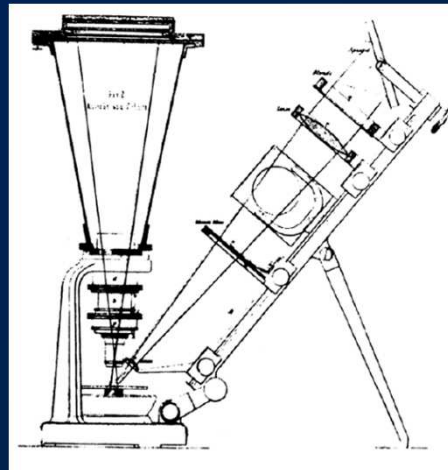
Martens (1850-1914)



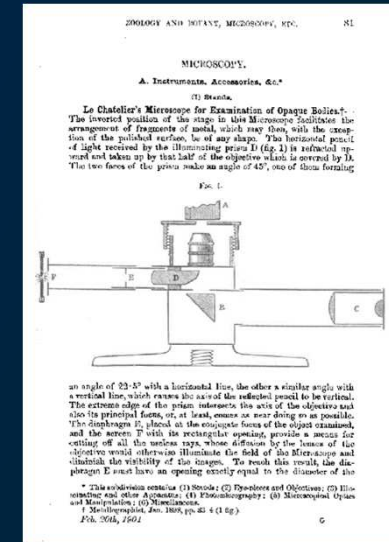
Le Chatelier (1850-1936)



Miroir concave de Lieberkhün



En 1880 il décrit son microscope avec éclairage oblique et dispositif photographique,

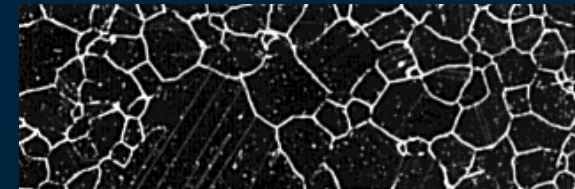
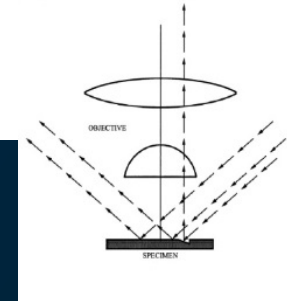
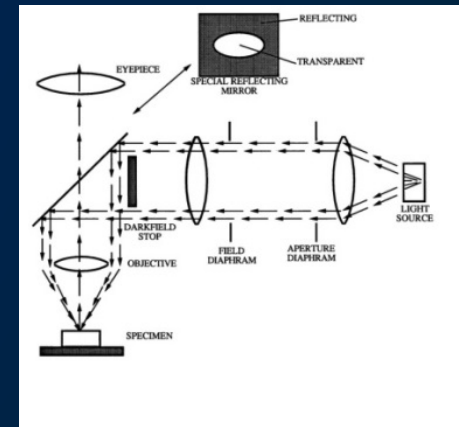
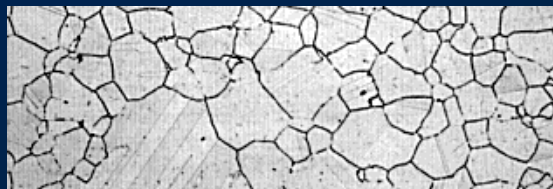
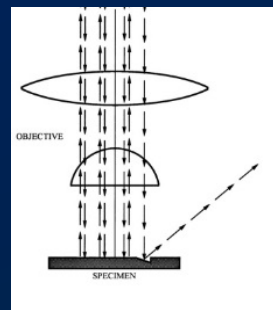
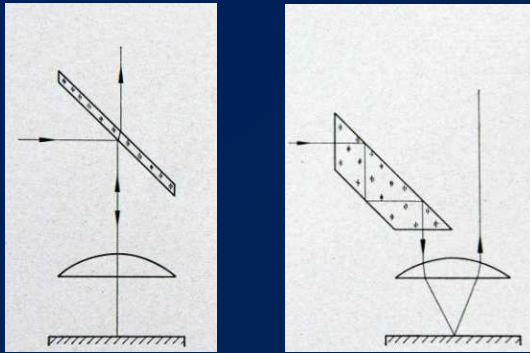


Article de 1901 dans lequel il décrit le montage, notamment le dispositif d'éclairage

- **date à retenir**
 - **1893 August Köhler invente le système d'éclairage à double conjugaison, avec diaph de champ et d'ouverture séparés.**

Evolution du microscope

- Les techniques de microscopie vont se développer
- L'observation ne se fait qu'en "fond clair"
- En 1903 Zsigmondy et Siedentopf inventent le "fond noir" (Prix Nobel Chimie 1925)



Evolution du microscope

- Tous les constructeurs adoptent le principe "Le Chatelier".
- Qualité du traitement des surfaces
- Performance des objectifs



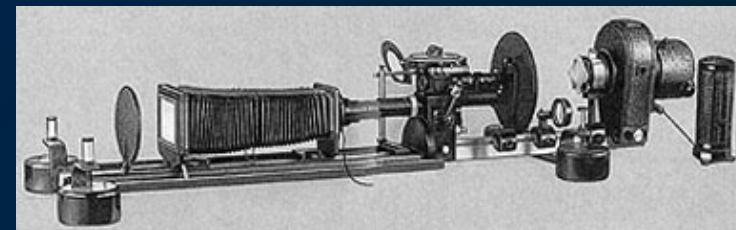
Microscope Métallographique Reichert 1920



Microscope Métallographique Zeiss/Le Chatelier 1924
Première optique corrigée à l'infini



PMC Olympus 1925

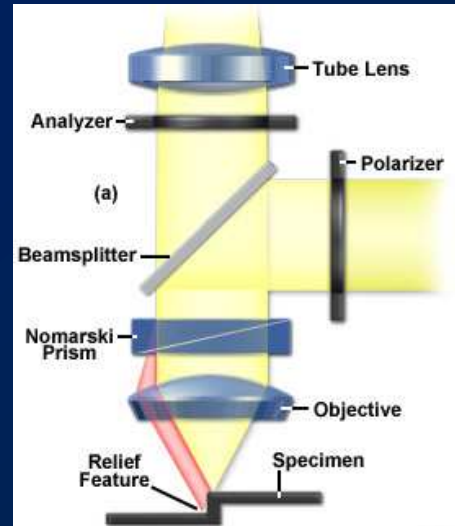


Neophot Zeiss 1934
Premier fond noir et éclairage de Köhler

En 1956

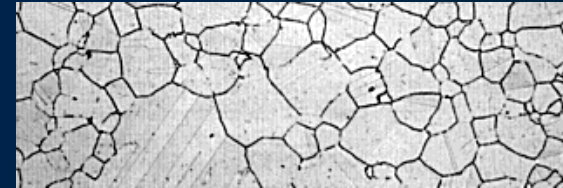


Georges Nomarski
1919 - 1997

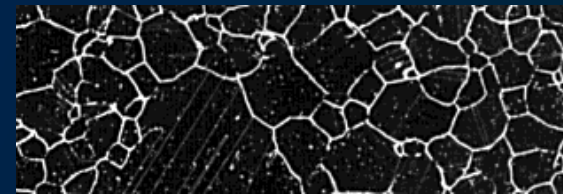


DIC

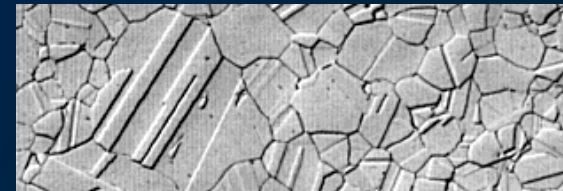
FC



FN



DIC



La qualité de l'échantillon reste l'élément fondamental.

Les techniques de préparation commencent à évoluer à partir de l'après-guerre,

Brevets pour polissage diamanté et machine de pré polissage papier SiC

REICHERT



1920



MeF 1930



1964



MeF2



MeF4



MeF3 1987



1986 : Reichert repris par Cambridge
1990 : Wild+Leitz et Cambridge s'unissent → Leica

Pendant ce temps ...



Zeiss Est



PMF Olympus 1954



PMG Olympus 1964



Nachet 1935



Zeiss Ouest 1976

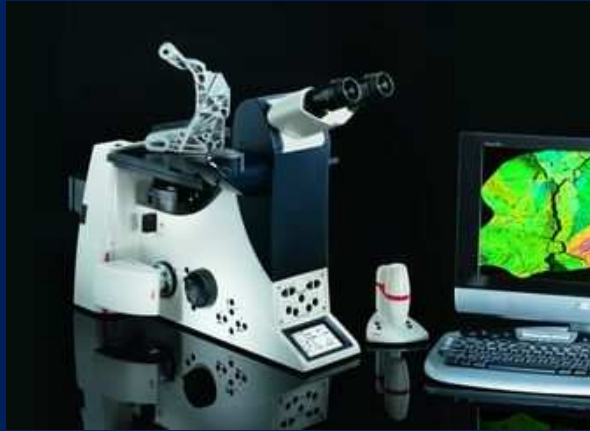


Nachet 1950



PME Olympus 1967

Les 4 Grands fournisseurs aujourd'hui



Leica



Nikon



Olympus



Zeiss

Et la préparation

- **La préparation de l'échantillon reste un point crucial**

- Procédures de préparation garantissant la structure vraie
- Reproductibilité la plus élevée possible
- Procédures efficaces et économiques
- Temps de préparation le plus court possible
- Recherche d'un niveau élevé d'automatisation

- **Quelques étapes importantes (STRUERS)**

- 1919 : Struers qui a obtenu la représentation danoise de Reichert se lance dans la préparation métallographique
- 1944 : Instrument pour le polissage électrolytique
- 1956 : Brevets pour polissage diamanté et machine de prépolissage papier SiC
- 1963 : Mise en place d'une stratégie industrielle de développement des outils pour la préparation métallographique
- 1973 : Premières machines de préparation semi-automatique
- 1985 : Pré-polissage et polissage entièrement automatiques

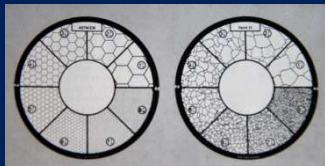
Réf: La microstructure vraie des matériaux. Préparation métallographique de Sorby à nos jours.
Kay Geels, Struers A/S, Copenhague, Danemark

60's, La métallographie devient quantitative

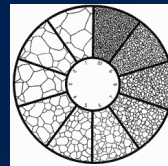
Paramètres quantifiables: phases, grains, inclusions

Première étape

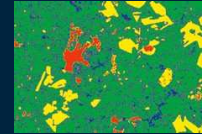
- Oculaires intégrateurs (Hennig/Zeiss 1958)
- Méthode d'évaluation visuelle, ex selon norme ASTM E112 (1961)



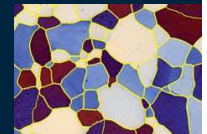
Disques de projection ASTM E 19-46
Gros seur de grains ferrite



Austenitic grain size reticle



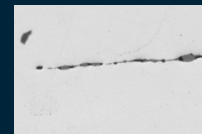
Analyse de phases



Analyse de grains



Orientation des grains



NMI

Deuxième étape

- Travail sur les photos

Troisième étape

- Analyseurs d'images, interactifs puis automatiques, avec des prérequis sur :
 - Qualité de l'éclairage (homogénéité) / Qualité du focus, stabilité,
 - Résolution optique (va définir la limite d'information pertinente)

60's, La métallographie devient quantitative

- **Au niveau du détecteur**, évolution analogique-numérique avec des prérequis sur :
 - La résolution (taille du capteur, l'échantillonnage correct (exploitation de la résolution optique, Théorème de Shannon / Nyquist)
 - la dynamique (nombre de niveaux de gris)



- **Les logiciels** Tous travaillent selon le schéma :

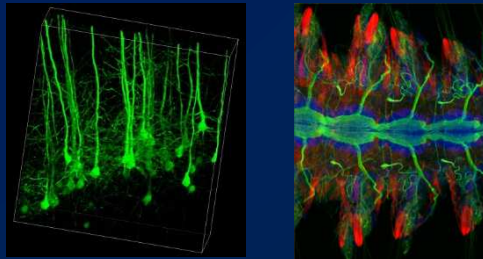
Acquisition → seuillage → segmentation → identification → comptage (analyse) → édition



- **Analyseurs automatiques**
 - Ce que l'on croit être un avantage peut éventuellement devenir dangereux.
 - l'analyseur automatique implique la parfaite reproductibilité au niveau des conditions d'observation (éclairage, diaphragmes...)
 - Parfaite reproductibilité au niveau de la préparation de l'échantillon

80's différenciation vie-matériaux

- La fluorescence devient la méthode de choix pour les développements de la microscopie en science de la vie
 - Intérêt: spécificité, multi-couleurs, sensibilité, dynamique,



- Contrainte: travailler au plus bas niveau d'énergie
- Conséquences pour le développement de l'optique: optimisation de la transmission, sensibilité de la détection ... Chaque photon compte !

- Les sciences des matériaux utilisent toujours les mêmes méthodes d'observation
 - Observation en lumière blanche (laser) et réflexion
 - Techniques classiques de fond clair, fond noir DIC et pol, occasionnellement la fluorescence.

Dernières avancées avant que

- **Evolution des microscopes: Intégration des motorisations**
 - De la platine pour étude grand champ (mosaïque),
 - Du mouvement z pour l'autofocus et le sectionning
 - Des diaphragmes pour la reproductibilité de l'éclairage et contraste, des réflecteurs pour les techniques de contraste
- **Développement exponentiel de l'informatique.** Pilotage des systèmes, et de l'imagerie,

... le rêve ne devienne réalité

La physique:

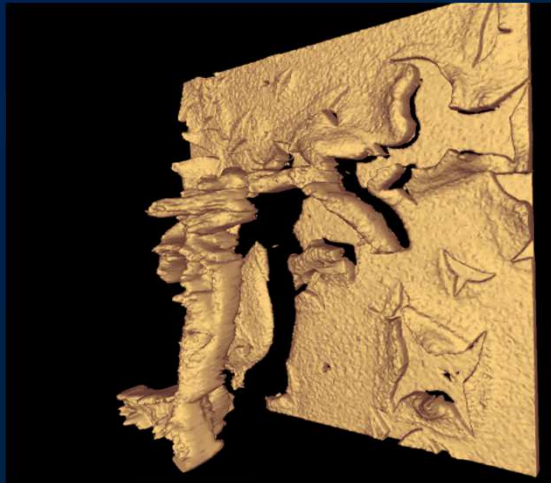
On ne peut pas avoir simultanément haute résolution et profondeur de champ,

La solution:

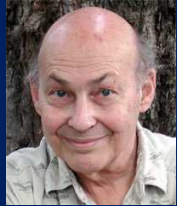
Alors on choisit haute résolution et faible profondeur de champ + tomographie

OPTICAL SECTIONING

- ✓ *L'Optical Sectioning* ne représente rien en 1980
- ✓ Aujourd'hui, "il pèse" plus de 50 % du marché mondial de la microscopie (> 3 Milliards de \$)



La microscopie confocale: 3D = états de surface

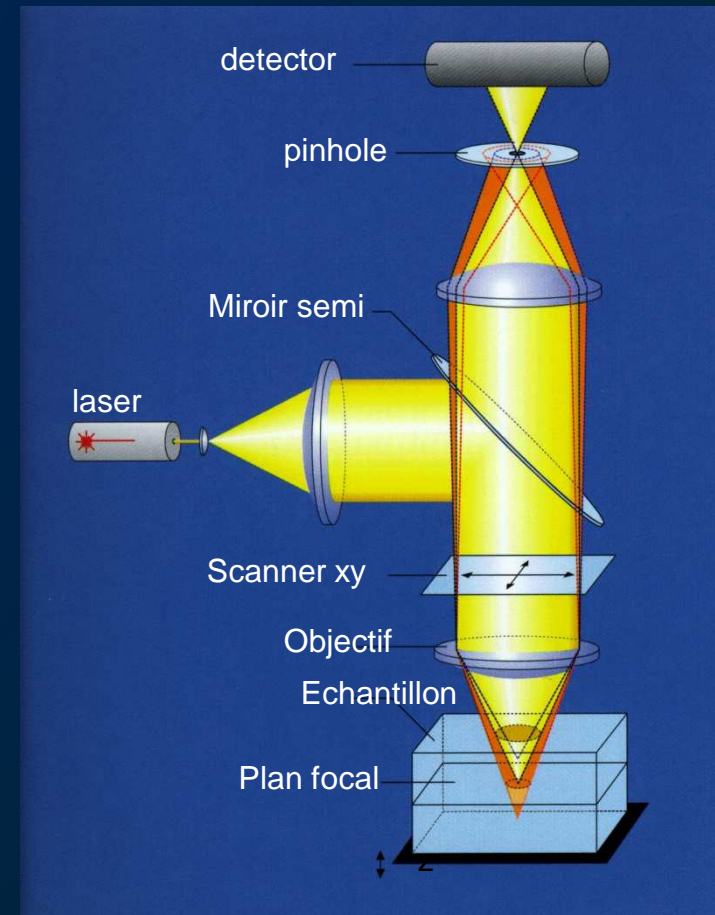


- 1957 Brevet de Marvin Minsky
- 1982 Premiers appareils industriels

Résolution latérale: ~ 200 nm
Résolution axiale: ~ 500 nm
Discrimination axiale: ~ 10 nm

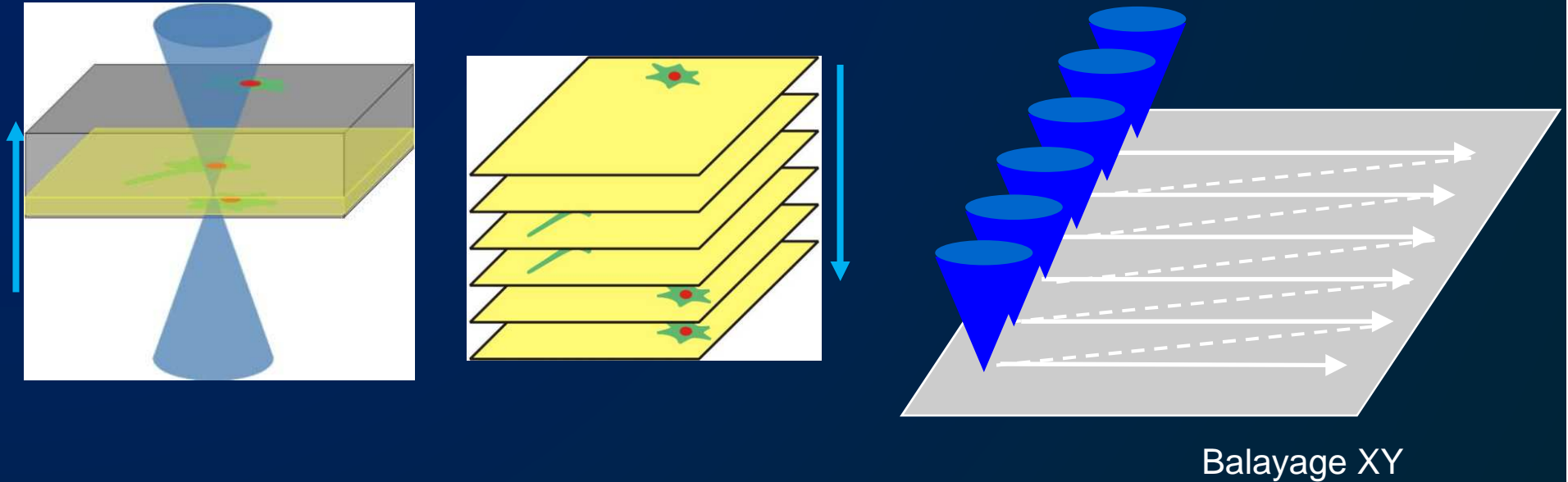
Il existe d'autres technologies basées sur un disque de Nipkow, ou qui exploitent le chromatisme ou l'astigmatisme, avec des détecteurs type camera Vidéo.

La finalité reste la même: à partir de sectionning optique (sans contact), avoir accès à des informations 3D,



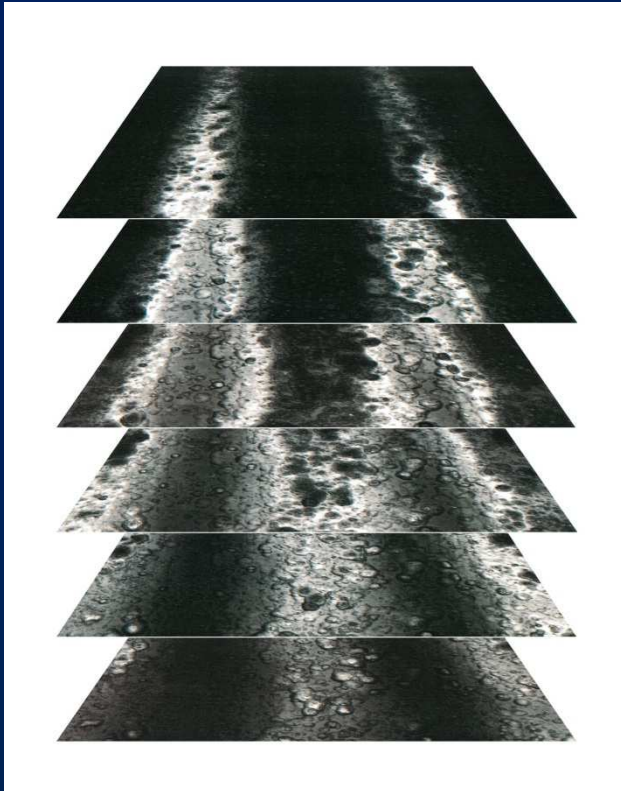
Technologie du "point scanner"

La microscopie confocale

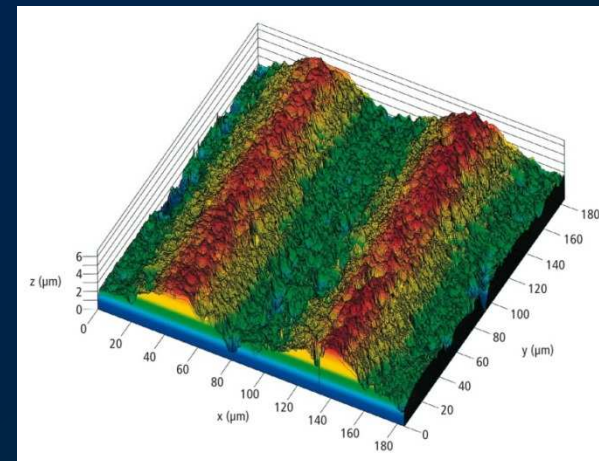
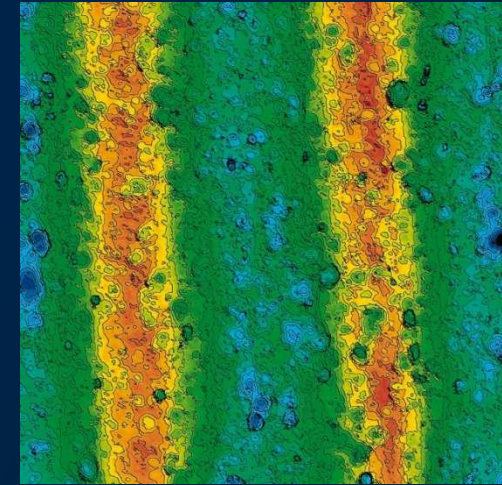
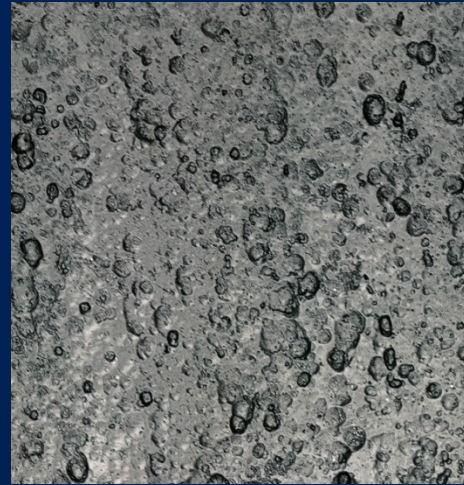


- ✓ "Sectionning" optique de l'échantillon sans contact physique.
- ✓ Information collectée provenant d'un plan
- ✓ Reconstruction tridimensionnelle des sections acquises
- ✓ Mesure en trois dimensions.

Analyse d'états de surface



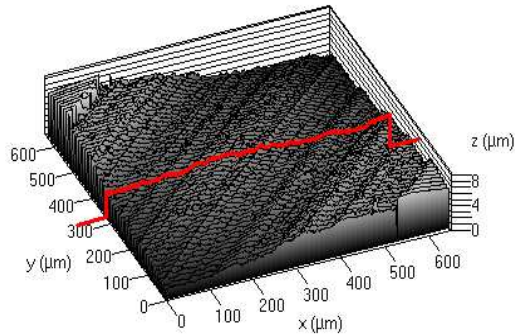
Z stack acquis



Différents modes de projection et visualisation

Analyse d'états de surface

3D surface rugosité

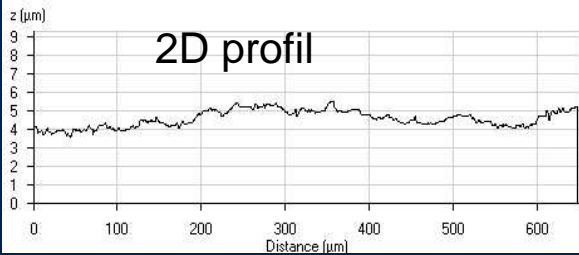


Sc 4.667 μm
 Sa 0.899 μm
 Sq 1.159 μm
 Ssk -0.309
 Sku 3.245

Sp 3.681 μm
 Sv 3.532 μm
 St 7.213 μm

Sz 2.334 μm
 Smax 3.735 μm

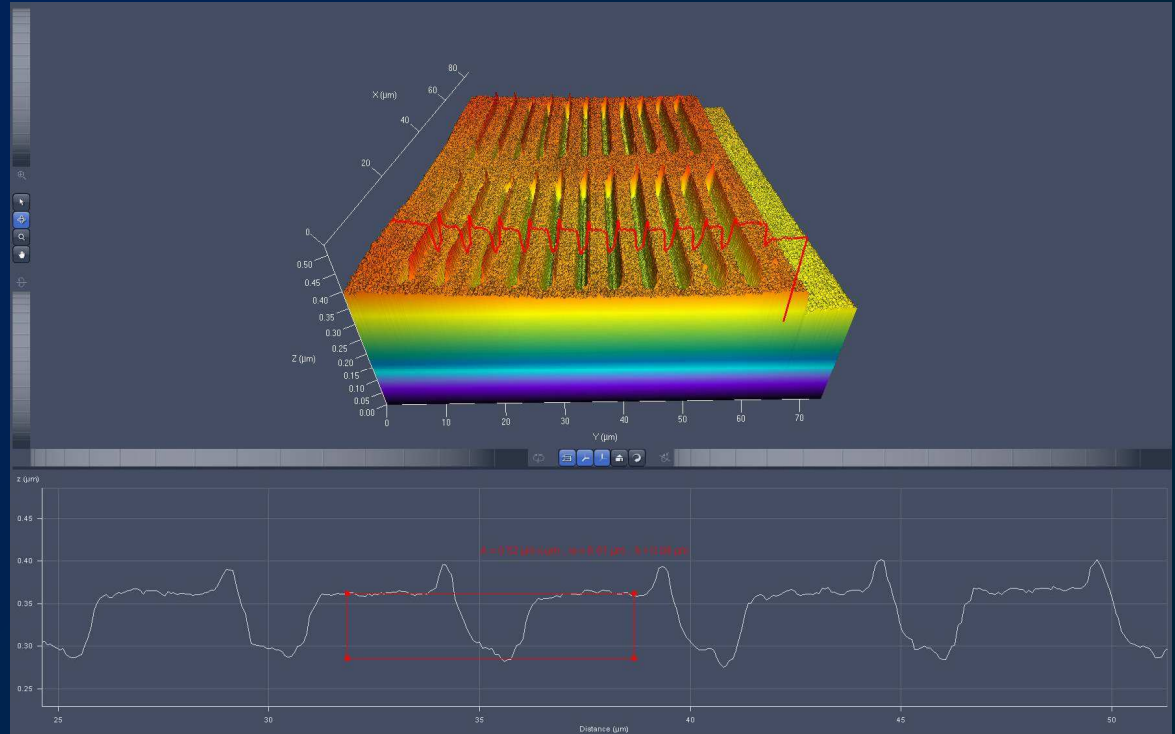
2D profil



Rc 4.560 μm
 Ra 0.392 μm
 Rq 0.453 μm
 Rsk -0.045
 Rku 1.955

Rp 0.933 μm
 Rv 0.971 μm
 Rt 1.904 μm

Rz 0.656 μm
 Rmax 1.098 μm



Test Sample: Etched height step: 85 nm

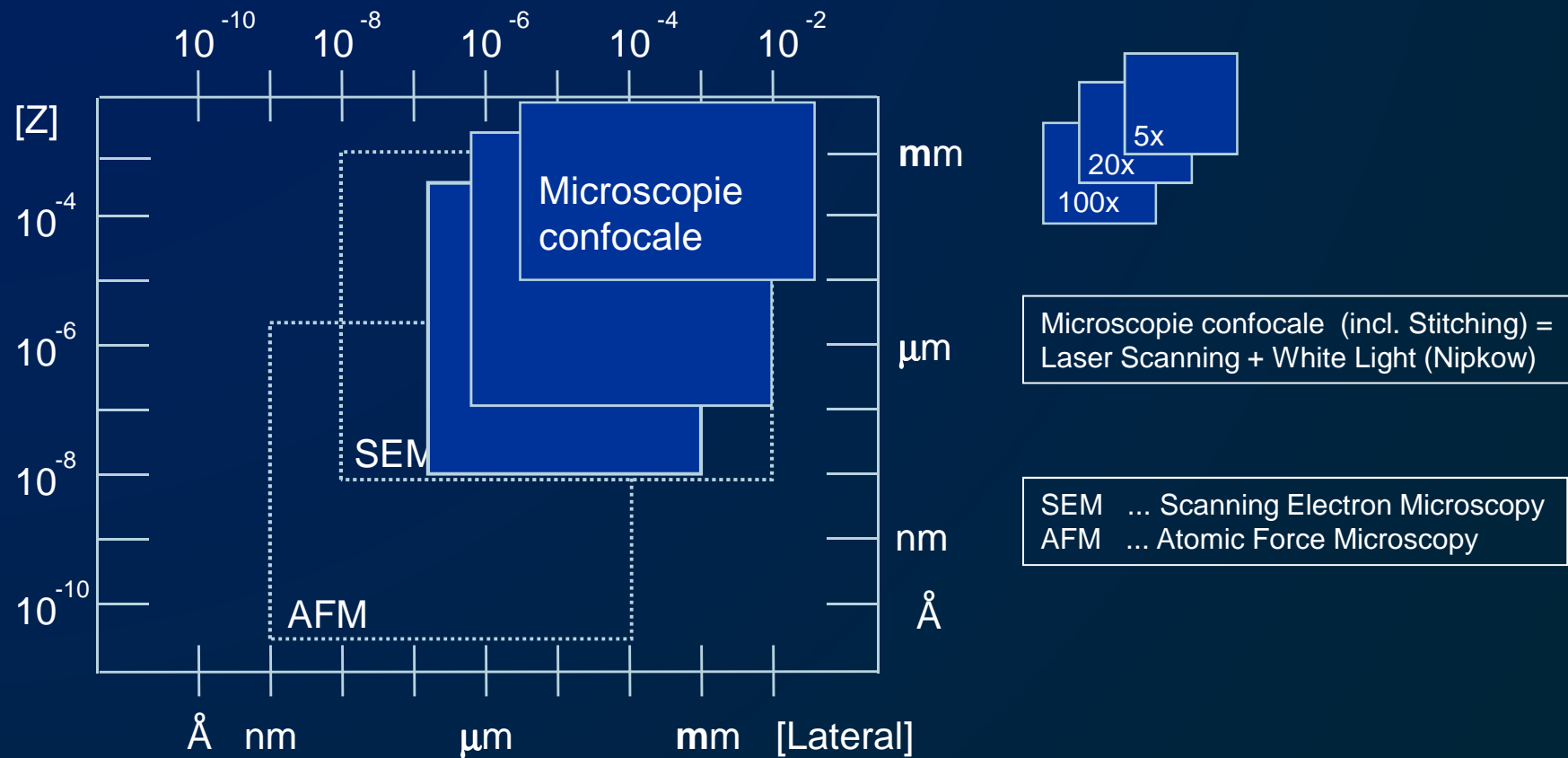
Lens: 50x/0.95
 Laser: 543 nm

Slices: 53
 Pixels: 1168 x 101

Certified height:	85 nm
Measured height:	0.08 μm
Difference:	5 nm

Si on compare

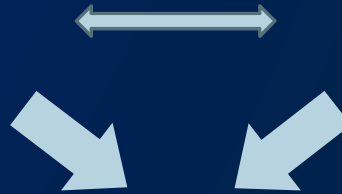
Schématique comparaison des champs et des résolutions:



De nouvelles passerelles entre les mondes micro et nanoscopiques

L'information à différentes échelles

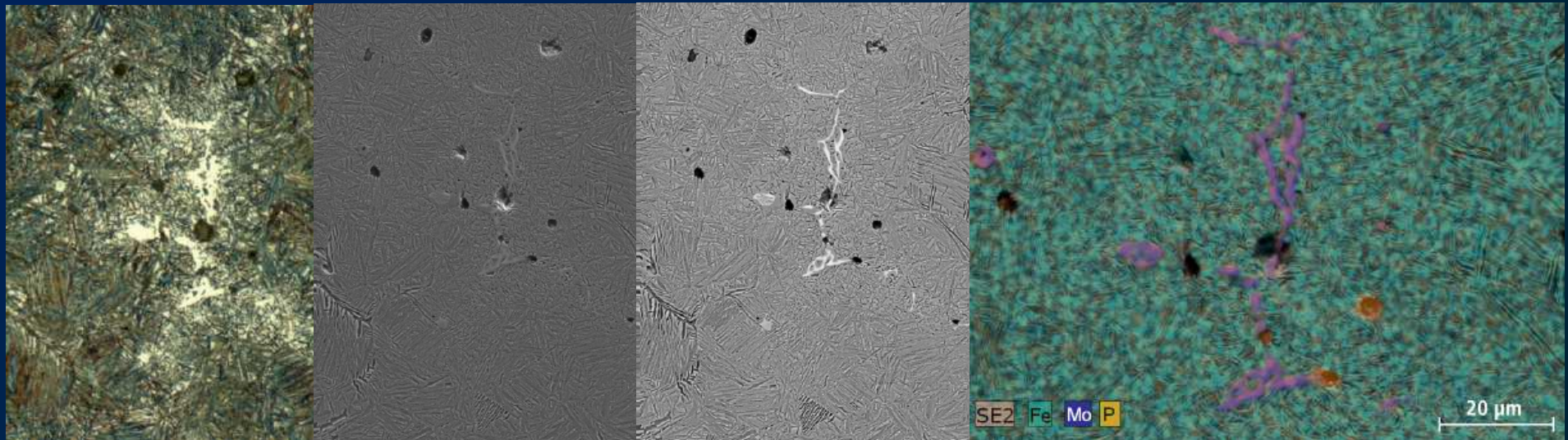
Choisir une région d'intérêt en LM et la retrouver facilement et rapidement en haute résolution en EM. (ou AFM)



Imagerie multimodale

La ME pour étendre les techniques de contraste de LM aux méthodes d'étude morphologique et analytique.

Microscopie Corrélatrice



Austempered ductile iron (ADI) Institute of Materials and process engineering, ZHAW, Winterthur, Suisse. 1: LM 2: SE 3: BSE 4: EDS

Remerciements

- Emmanuel Humbert
- Brigitte Duclos
- Mickael Morgant



Merci de votre attention