



**GIANCARLO RIZZA** ingénieur au CEA, responsable du centre de microscopie de l'X

# MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE: OBSERVER LES ATOMES ET JOUER AVEC EUX

Le concept d'atome est longtemps resté une idée philosophique, faute de pouvoir observer des corps aussi petits. Il est devenu réalité scientifique au cours du XX<sup>e</sup> siècle, et son observation est devenue possible grâce au microscope électronique. Les performances atteintes par cet instrument en font un outil privilégié de la recherche dans le monde de l'infiniment petit.

L'EXISTENCE des atomes a été le terrain d'une bataille acharnée et féroce longue de plus de deux millénaires. D'abord écrasée par le poids des philosophies d'Aristote et de Platon – *ubi major, minor cessat*<sup>1</sup> – puis combattue par l'Église catholique, la philosophie atomiste a failli disparaître à tout jamais.

## LES ATOMES : UNE QUÊTE MILLÉNAIRE

Mais, comme l'histoire est souvent faite de coïncidences et de retours, l'essor de l'humanisme et la redécouverte en 1417 par l'Italien Gian Francesco Poggio Bracciolini du seul manuscrit encore existant du *De rerum natura* de Lucrèce ont permis aux philosophes atomistes de sortir de l'oubli et d'essaimer parmi les élites intellectuelles des graines qui finirent par imprégner toute la société savante. À ce propos, le *best-seller* *Quattrocento* de Stephen Greenblatt retrace avec élégance et érudition ce moment charnière de l'histoire de la

« *Planck resta longtemps réticent à l'égard de la théorie atomique* »

pensée humaine. Cependant, *mutatis mutandis*, la bataille des esprits était loin d'être terminée. Au cours des siècles suivants, les philosophes et les scientifiques se scindèrent en deux camps : si d'un côté Galilée, Gassendi, Boyle ou Newton mais aussi Marx, Engels et Nietzsche commencèrent par admettre l'existence de petites particules de matière dans la nature, une farouche opposition se leva de la part d'autres éminents scientifiques tels que Berthelot ou Mach ou des philosophes tels que Comte, Schopenhauer, Hegel et Kant. La critique était tellement virulente que Boltzmann, le père de la physique statistique, se donna la mort, et Planck, le père de la théorie quantique corpusculaire, resta longtemps réticent à l'égard de la théorie atomique. Il fal-

lut attendre 1913 et la publication du livre *Les Atomes* par Jean Perrin pour que la chimère des anciens philosophes devienne réalité et l'existence de l'atome soit acceptée par la communauté scientifique.

## L'INTUITION DES PHILOSOPHES DEVIENT RÉALITÉ

Jusqu'à la seconde moitié du XIX<sup>e</sup> siècle, la science avait pour objet d'étudier les phénomènes directement perceptibles par les sens. Comme on vient de le voir, ce paradigme changea à partir du XX<sup>e</sup> siècle. Néanmoins, *observer* les atomes posait un problème de taille ; cent mille fois plus petits d'un cheveu, ils ne sont pas *visibles* par un microscope optique dont la réso-

## REPÈRES

La cosmogonie, du grec *cosmos*, « monde », et *gennân*, « engendrer », a permis à nos ancêtres de faire surgir un ordre du chaos primordial. Dans ce sublime exercice de pensée, en citant Jean Salem, « à partir du V<sup>e</sup> siècle *avant* l'ère chrétienne, une poignée de philosophes (Démocrite, Épicure, Lucrèce) ont eu le génie de professer que l'univers entier est une sorte d'immense Lego où de minuscules éléments de construction (les atomes), éternels et immodifiables, se combinent et se dissocient au gré de leur agitation incessante dans le vide immense ». De ce point de vue, la naissance et la mort ne sont qu'un jeu de composition et désagrégation.

lution est limitée par les lois de la diffraction, c'est-à-dire quelques centaines de nanomètres ( $10^{-9}$  m). Cependant, à partir

des années 1920, grâce aux intuitions de Louis de Broglie sur la dualité onde-corpuscule et aux élaborations de Bush sur

la possibilité de contrôler les trajectoires des électrons avec des champs magnétiques ou électrostatiques, les portes de Canaan commencèrent à s'ouvrir. Le dépassement de la résolution optique passait par le remplacement de la lumière par des électrons et des lentilles en verre par des lentilles électromagnétiques. Dès lors, la résolution espérée (théorique) pouvait être bien inférieure à l'ångström ( $10^{-10}$  m). La mise en œuvre de cette idée est due au génie de Ruska et Knoll et marque la naissance de la microscopie électronique. Bien que les premiers grossissements aient été seulement de 40 x, le microscope électronique était né. Néanmoins, il fallut attendre 1956, et un certain nombre de développements instrumentaux, pour que les atomes puissent être finalement *imagés*.

### OUVRIR LES PORTES DU NANO-MONDE

En 1959, notre histoire en croise une autre. Richard Feynman donne à l'Institut de technologie de Californie (Caltech) une conférence qui est un tournant dans l'histoire des sciences. L'intitulé prophétique en est *There is Plenty of Room at the Bottom*<sup>2</sup>. Lors de cette conférence, Feynman invite les chercheurs à ouvrir les portes du *nano-monde* et à en prendre le contrôle. Son intuition est que les atomes, les molécules ou les particules peuvent être utilisés, comme des briques d'un jeu de Lego, pour construire de nouvelles architectures de toute petite taille et où la seule limite sera l'imagination humaine. Cela ressemble beaucoup à l'univers des atomistes.



DR

Marcellin Berthelot s'opposa à la théorie atomique.

## DESCENDRE EN RÉOLUTION

Depuis les premières loupes de Galilée jusqu'à leurs successeurs électroniques, descendre en résolution sous les limites connues a été, à l'évidence, la clé pour faire progresser les sciences, de la physique à la médecine. En particulier, un tournant a eu lieu dans les années 1990 avec l'apparition de correcteurs d'aberration pour les lentilles électromagnétiques. Cette avancée majeure est à l'origine de la microscopie moderne. En fait, l'essor des nanotechnologies et les besoins croissants en caractérisations structurales et chimiques à l'échelle nanométrique ont imposé au cours des dernières années la nécessité d'outils d'analyse physicochimique associant une très grande sensibilité et une résolution spatiale atomique.

## DE L'OBSERVATION DE CE QUI EST PETIT AU NANO-LABORATOIRE

L'étymologie du mot microscope signifie « qui permet d'observer ce qui est petit ». Néanmoins, en quelques décennies, le microscope électronique s'est transformé de simple machine à observer en véritable nano-laboratoire. Le microscope électronique est devenu davantage un environnement de travail, de mesure et d'analyse dans lequel le développement instrumental est poussé vers ses derniers retranchements. Une liste largement non exhaustive comprend, entre autres, la possibilité de cartographier au sein de la matière la position des atomes qui la constituent avec une résolution de l'ordre du rayon atomique ( $0,5 \text{ \AA}$  ou  $5 \times 10^{-11} \text{ m}$ ), de déterminer la nature de leurs liaisons chimiques, de recons-

truire la morphologie des nano-objets en trois dimensions, de mesurer la charge électrique et sa distribution spatiale, de mesurer les contraintes ou encore de faire des cartographies magnétiques à l'échelle nanométrique.

## SUR LES ÉPAULES DES GÉANTS : UN REGARD VERS L'AVENIR

Nous empruntons cette métaphore à Bernard de Chartres, maître du XII<sup>e</sup> siècle, pour souligner qu'en recherche chaque acquis n'est rien d'autre que le point de départ pour d'autres recherches : cela permet de repousser constamment les limites de la connaissance. D'autre part, la sagesse populaire déclare habituellement que *voir c'est croire*. Quoi de mieux alors que de pouvoir observer avec une résolution spatiale, temporelle et énergétique ultime et *en temps réel* l'évolution de la morphologique d'un nano-objet ou de ses propriétés physicochimiques à l'endroit où le phénomène se déroule (sans prélever ni déplacer l'échantillon)? Cela donnerait la possibilité de comprendre le comportement dynamique des matériaux. Pour cette raison, le nouvel Eldorado est devenu la microscopie électronique *in situ*. Les nouveaux développements instrumentaux permettent désormais d'étudier la croissance des nano-objets en phase vapeur, de faire de la microscopie en milieu liquide, de coupler la microscopie électronique et optique (corrélative), de développer de nouvelles spectroscopies combinant pho-

tons et électrons, de faire des irradiations ioniques dans un microscope tout en regardant l'évolution des défauts d'irradiation... c'est le voyage au pays d'Alice.

## LA MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À L'X

Dans l'environnement en pleine effervescence de la nouvelle université Paris-Saclay est né le projet de Centre interdisciplinaire de microscopie électronique de l'École polytechnique, le Cimex. Créé en 2010, le Cimex a pour objectif de développer l'enseignement de la microscopie électronique aussi bien dans le cadre des masters 2 en nanosciences et en biologie que dans celui des Modals (unité d'enseignement pratique et théorique). Contrairement aux travaux pratiques traditionnels dont le but est de valider la théorie enseignée préalablement en cours, le Modal adopte une démarche inspirée de la recherche qui consiste d'abord à apprivoiser un phénomène expérimental et à ensuite chercher une explication théorique.

## CRÉER UN CENTRE DE CLASSE MONDIALE

Par ailleurs, le Cimex est fortement impliqué dans le projet d'équipement d'avenir EquipEx Tempos (*Transmission Electron Microscopy at Palaiseau Orsay Saclay*). En s'inscrivant dans le projet de création de la nouvelle université Paris-Saclay, Tempos est né de la volonté de l'École polytechnique, associée à l'université Paris-Sud (organisme porteur), au CNRS et au CEA, de créer un centre de classe mondiale en microscopie électronique en transmission. En visant une compréhension largement améliorée des

« *Il fallut attendre 1956 pour que les atomes puissent être imagés* »

« *Le nouvel Eldorado est devenu la microscopie électronique in situ* »

mécanismes de croissance et des propriétés optiques et électroniques des nano-objets, Tempos a pour ambition d'accélérer l'émergence d'applications réelles. Un tel transfert de connaissances et de technologie sera favorisé par la présence de laboratoires privés industriels (Thales RT, Saint-Gobain Recherche, Total) ou d'unités mixtes (Thales-CNRS, Saint-Gobain CNRS SVI). S'insérant dans le triangle de la science des matériaux (croissance-caractérisation-propriétés), le projet Tempos s'articule selon trois axes : l'étude *in situ* de la croissance de nano-objets à l'échelle atomique (projet NanoMAX), l'étude *in situ* des propriétés optiques et spectroscopiques des nano-objets à l'échelle subnanométrique (ChromaTEM), et enfin la caractérisation cristallographique des nano-objets à l'échelle atomique (NanoTEM).

### ATOME PAR ATOME

L'École polytechnique pilote et héberge le projet NanoMAX, dont la grande originalité réside dans le fait d'apporter, sous le faisceau électronique, la matière à l'échantillon atome par atome, d'une manière très contrôlée : par des faisceaux moléculaires (épitaxie par jets moléculaires – MBE) ou par des faisceaux de radicaux gazeux (dépôt chimique en phase vapeur – CVD – assisté). Ces deux spécificités sont uniques au monde. Les études dans lesquelles s'insère NanoMAX ont pour objectif de découvrir et développer de nouveaux objets fonctionnels, pouvant servir dans

« *Tempos a pour ambition d'accélérer l'émergence d'applications réelles* »



DR

Le microscope NanoMAX permet de voir les nanostructures se former atome par atome ([www.fei.com](http://www.fei.com)).

des macrodispositifs (par exemple des cathodes à effet de champ pour émetteurs de puissance, ou des cellules photovoltaïques intégrant des nanomatériaux) ou bien pour développer des nanodispositifs tels que capteurs chimiques et biologiques, nanotransistors ou nanolasers. NanoMAX possède notamment une articulation avec un autre projet EquipEx, le projet Sense-City

qui vise à équiper la ville du futur d'un ensemble de capteurs de tous types permettant de suivre en temps réel un ensemble de paramètres allant du taux de fréquentation de sites, à l'évolution de la pollution jusqu'au vieillissement du béton. La microscopie électronique a de beaux jours devant elle – et les microscopistes aussi. ■

L'auteur tient à remercier Odile Stéphan, responsable de l'équipe X-Tempos, Jean-Luc Maurice, responsable du projet NanoMaX, ainsi que ses collègues Pierre-Eugène Coulon et Mathias Kobylko.

1. Le faible capitule devant le fort.
2. Il y a beaucoup de place en bas.