

# **Introduction à la diffraction des électrons rétrodiffusés :**

## **Principes et applications**

A.-F. Gourgues-Lorenzon

Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris  
Centre des Matériaux UMR CNRS 7633  
B.P. 87  
91003 Evry cedex

[anne-francoise.gourgues@ensmp.fr](mailto:anne-francoise.gourgues@ensmp.fr)

**Plan de la présentation**Principes de la diffraction des électrons rétrodiffusés au MEB :

- cristaux et systèmes cristallins
- diffraction, loi de Bragg
- formation du diagramme de diffraction au MEB
- les diverses dénominations de la technique

Mise en œuvre pratique :

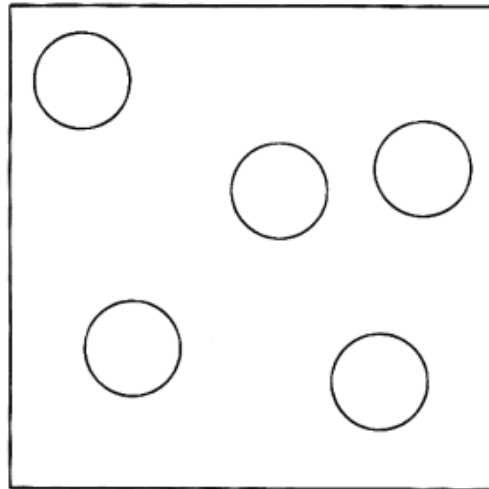
- chaîne de mesure et de contrôle
- indexation des clichés
- représentation des orientations cristallines
- conditions opératoires
- performances et limites de la technique

Quelques exemples d'applications de la technique :

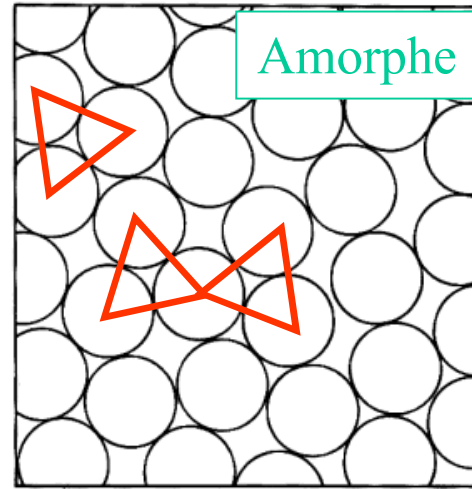
- domaines d'application
- visualisation des grains et caractérisation des joints de grains
- recristallisation
- changements de phase

**Les cristaux - Systèmes cristallins (1)**

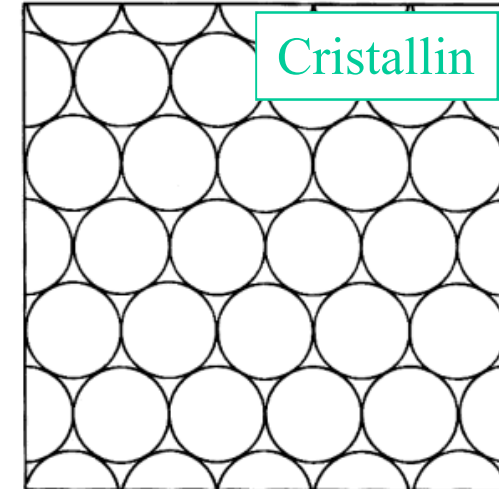
Périodicité à « courte » ou « longue » distance : par rapport aux distances interatomiques



Gaz



Amorphe



Cristallin

Matière condensée (liquide, solide)

*d'après W.D. Kingery, H.K. Bowen, D.R. Uhlmann, Introduction to Ceramics, 1976, p. 26*

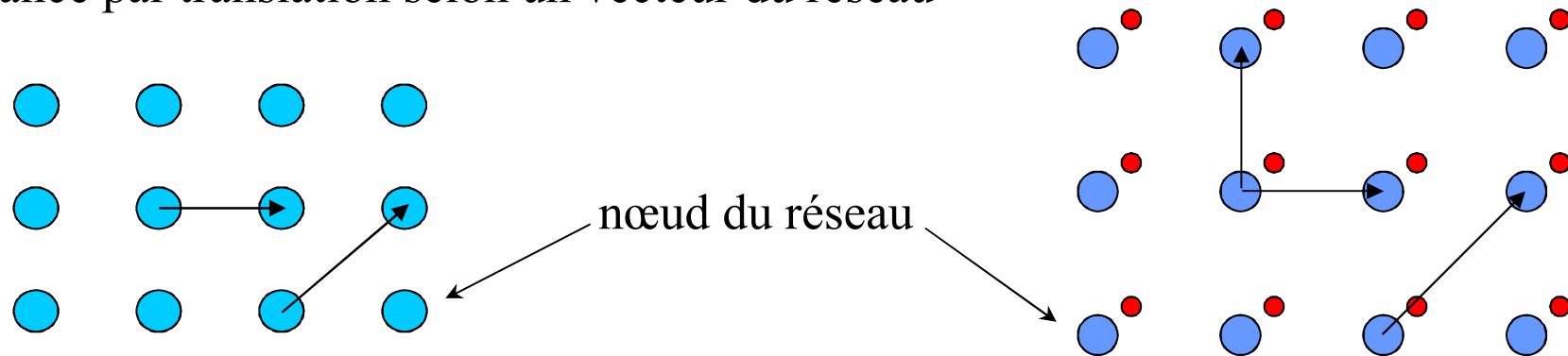
Pas de périodicité à longue distance → liquides, verres

Périodicité à longue distance → **cristaux**

## Les cristaux - Systèmes cristallins (2)

Disposition périodique des atomes :  $\left\{ \begin{array}{l} \text{en 3D} \\ \text{à longue distance} \end{array} \right\} \longrightarrow$  **réseau cristallin**

Invariance par translation selon un vecteur du réseau



On place généralement l'origine sur un atome (mais pas toujours)

$\longrightarrow$  un **motif** sur chaque **nœud** du réseau

Il peut avoir des atomes ailleurs que sur les nœuds du réseau

$\longrightarrow$  mais toujours de manière périodique

**Les cristaux - Systèmes cristallins (3)**

Isométries laissant le réseau globalement invariant

→ doivent être compatibles avec la périodicité

Combinaisons d'une rotation + translation ou inversion (symétrie centrale)

→ seuls angles de rotation possibles :  $\frac{2\pi}{6}$ ,  $\frac{2\pi}{4}$ ,  $\frac{2\pi}{3}$ ,  $\frac{2\pi}{2}$ ,  $\frac{2\pi}{1}$

Les plans de symétrie et axes de rotation macroscopiques passent par un même point

→ 32 groupes ponctuels

Les isométries laissant la structure globalement invariante déterminent le groupe d'espace

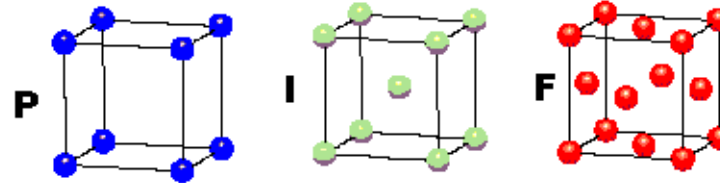
→ 230 groupes d'espace

## Les cristaux - Systèmes cristallins (4)

### Cubique

$$a = b = c$$

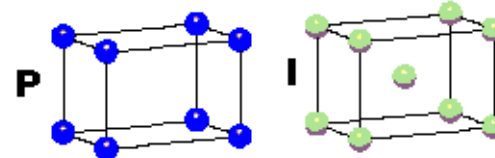
$$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$



### Quadratique

$$a = b \neq c$$

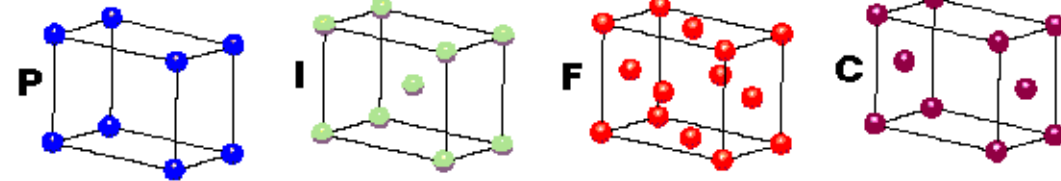
$$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$



### Orthorhombique

$$a \neq b \neq c$$

$$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

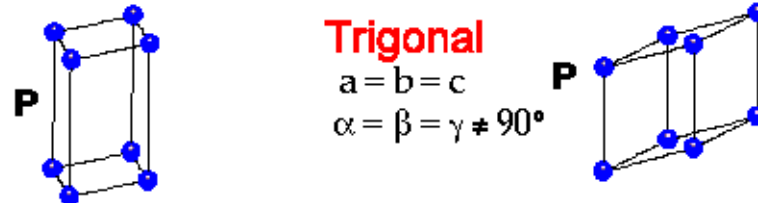


### Hexagonal

$$a = b \neq c$$

$$\alpha = \beta = 90^\circ$$

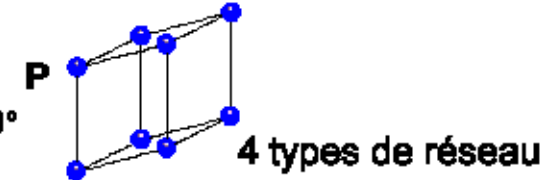
$$\gamma = 120^\circ$$



### Trigonal

$$a = b = c$$

$$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$$



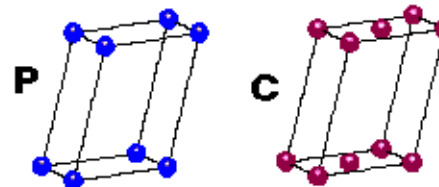
4 types de réseau

### Monoclinique

$$a \neq b \neq c$$

$$\alpha = \gamma = 90^\circ$$

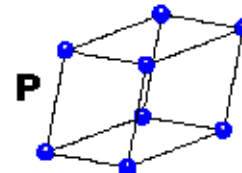
$$\beta \neq 120^\circ$$



### Triclinique

$$a \neq b \neq c$$

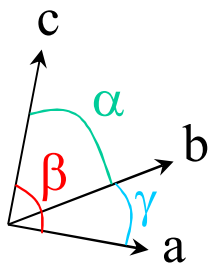
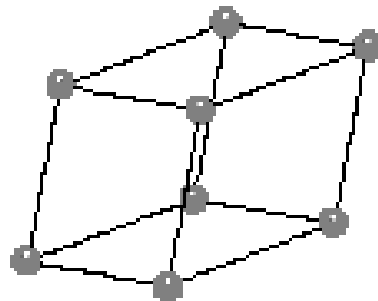
$$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$$



### 4 types de réseau

- P Primitif
- I centré
- F toutes faces centrées
- C 1 face centrée

+ 7 systèmes cristallins  
= 14 réseaux de BRAVAIS

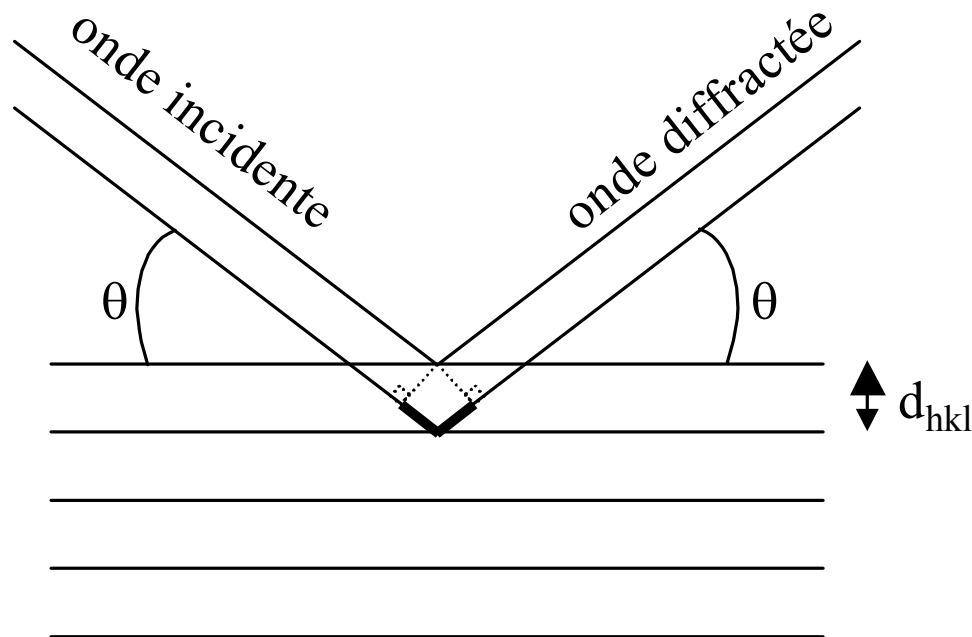


**Diffraction - Loi de Bragg (1)**

Dualité onde-corpuscule : on utilise ici le caractère ondulatoire du rayonnement

Loi de Bragg :

la différence de marche optique entre les ondes diffractées par deux plans parallèles (hkl) voisins doit être un multiple entier de la longueur d'onde  $\lambda$  du rayonnement



$$2. d_{hkl} \sin(\theta) = n. \lambda \quad \text{avec } n \text{ entier}$$

## Diffraction - Loi de Bragg (2)

Utilisation de la diffraction comme moyen de caractérisation des matériaux :

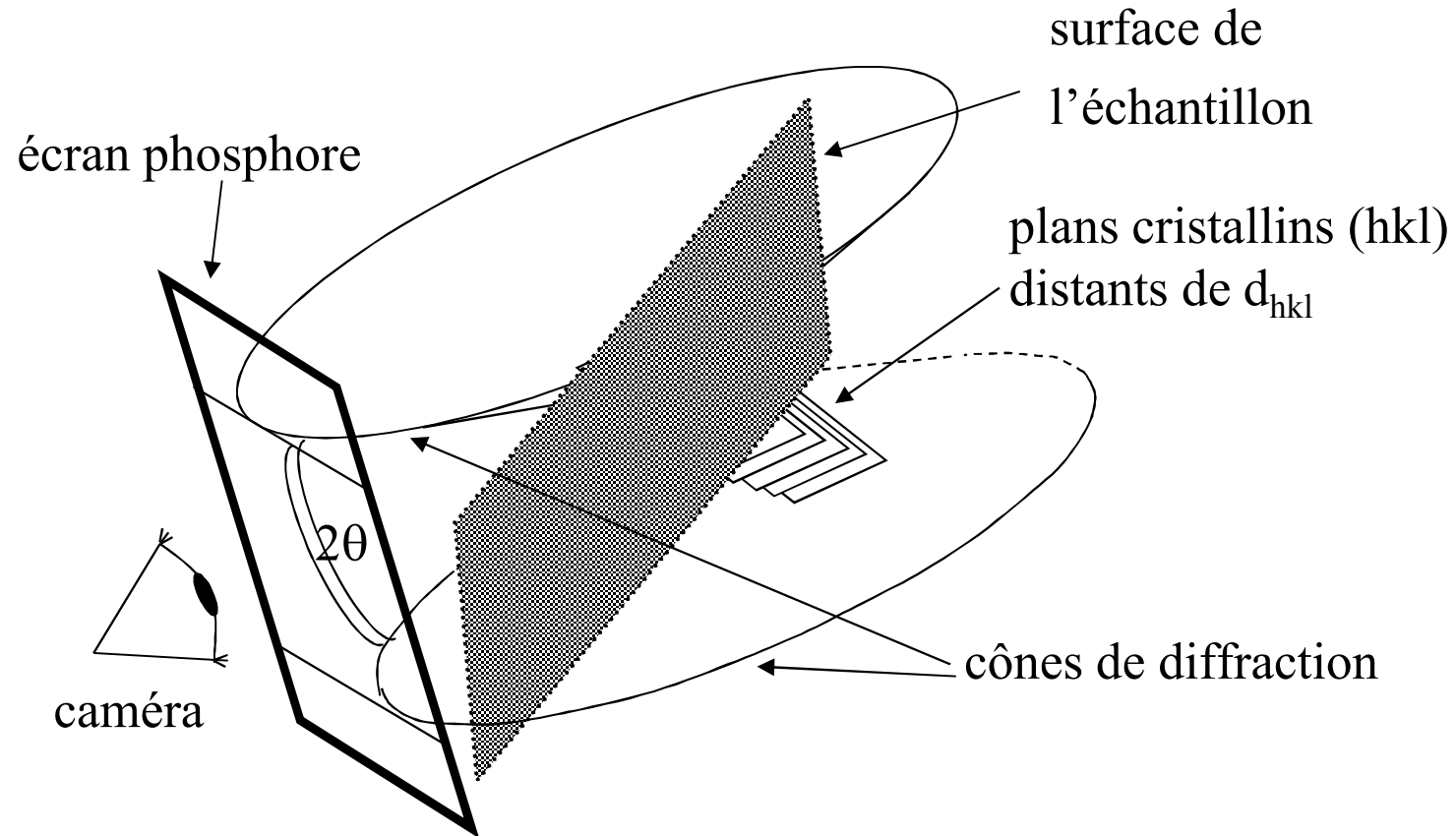
- accès à  $d_{hkl}$  → paramètres de maille de la structure cristalline
  - identification de phases
  - estimation des déformations élastiques et des contraintes internes
- accès à l'orientation du cristal dans l'espace
  - étude de la texture (distribution statistique des orientations cristallines)
  - identification de modes de déformation
  - étude des interfaces (relations d'orientation, « plans de joint »...)
  - ...

**Obtention du diagramme de diffraction au MEB (1)**

On s'intéresse aux électrons de longueur d'onde connue et fixée :  
électrons rétrodiffusés (même énergie que le faisceau primaire)  
on ne considère que la dernière interaction élastique

Suite aux nombreuses interactions élastiques avec la matière, ils viennent statistiquement de toutes les directions de l'espace

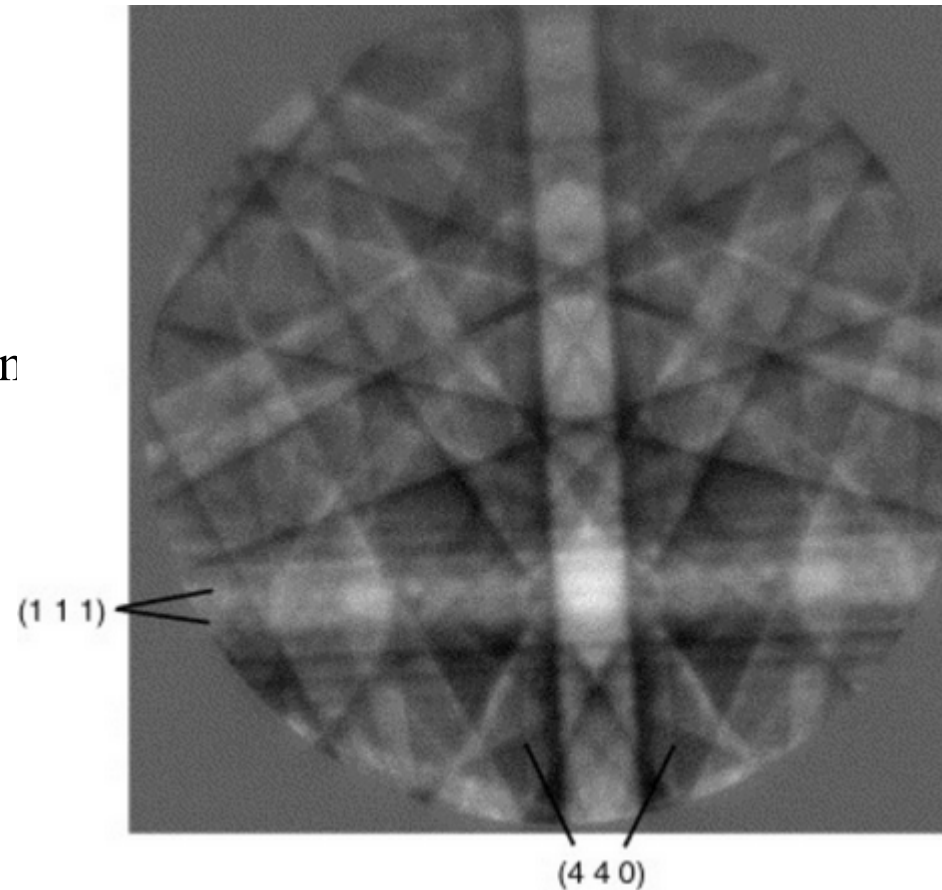
→ tous les plans cristallins de la zone analysée sont en conditions de Bragg

**Obtention du diagramme de diffraction au MEB (2)**

**Obtention du diagramme de diffraction au MEB (3)**

Cliché résultant

exemple :  
monocristal de silicium



*S. Zaeferrer, Ultramicroscopy 107,2-3 (2007) pp. 254-266*

Les bandes sont centrées sur l'intersection des plans  $(hkl)$  avec l'écran « phosphore »

Possibilité de travailler en mode cartographie (un cliché par point d'analyse)

**Les diverses dénominations de la technique**

Dénominations désignant l'ensemble de la technique :

EBSD(P) : Electron Backscatter(ing) Diffraction (Patterns)

BKD(P) : Backscattered Kikuchi Diffraction (Patterns)

Dénominations centrées sur le travail en mode cartographie :

OIM : Orientation Imaging Microscopy

ACOM : Automated Crystal Orientation Mapping

Il existe au moins trois systèmes d'EBSD sur le marché

## Techniques de détermination des orientations cristallines

### Diffraction des rayons X ou des neutrons :

- bonne précision sur les paramètres de maille
- accès à la texture globale
- préparation des échantillons : simple
- en général, pas d'information spatiale ou chimique directe
- en développement : orientations cristallines en 3D (DCT, 3DXRD...), *in situ*

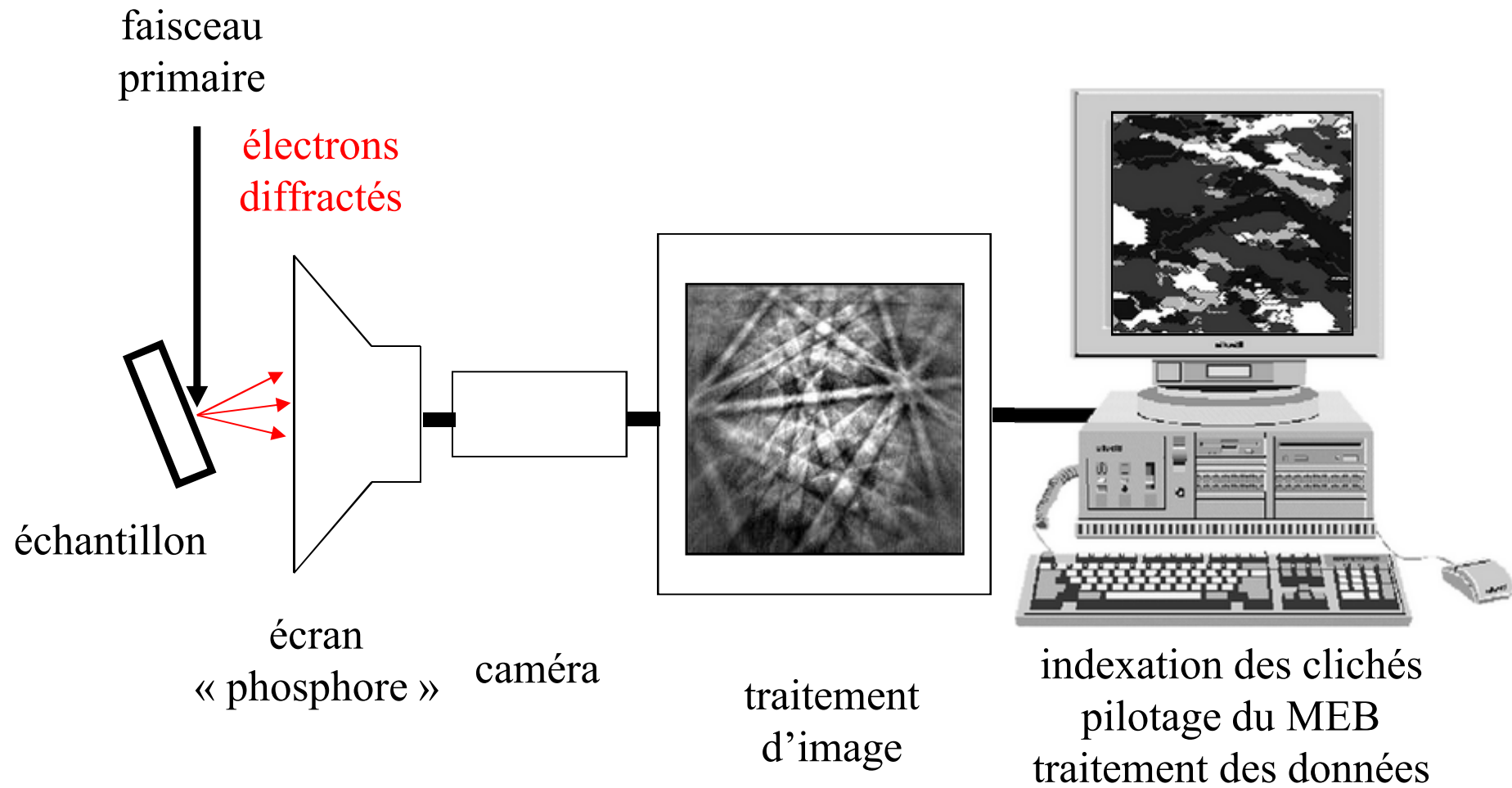
### Diffraction des électrons au MET :

- très bonne précision sur l'orientation et les paramètres de maille
- très bonne résolution spatiale
- accès à certaines informations spatiales 3D (plans d'interface)
- taille de zone analysée : très faible
- préparation des échantillons : délicate et destructive
- en développement : tomographie

### Diffraction des électrons rétrodiffusés au MEB :

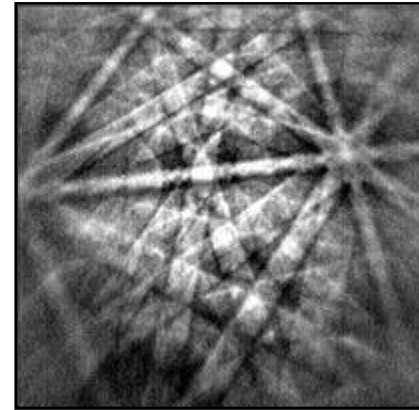
- bonne précision angulaire
- corrélation entre orientation, localisation dans l'espace et composition chimique
- large gamme d'échelles du MEB
- préparation des échantillons : assez simple
- en développement : tomographie (coupes sériées), *in situ*

**Chaîne de mesure et de contrôle**



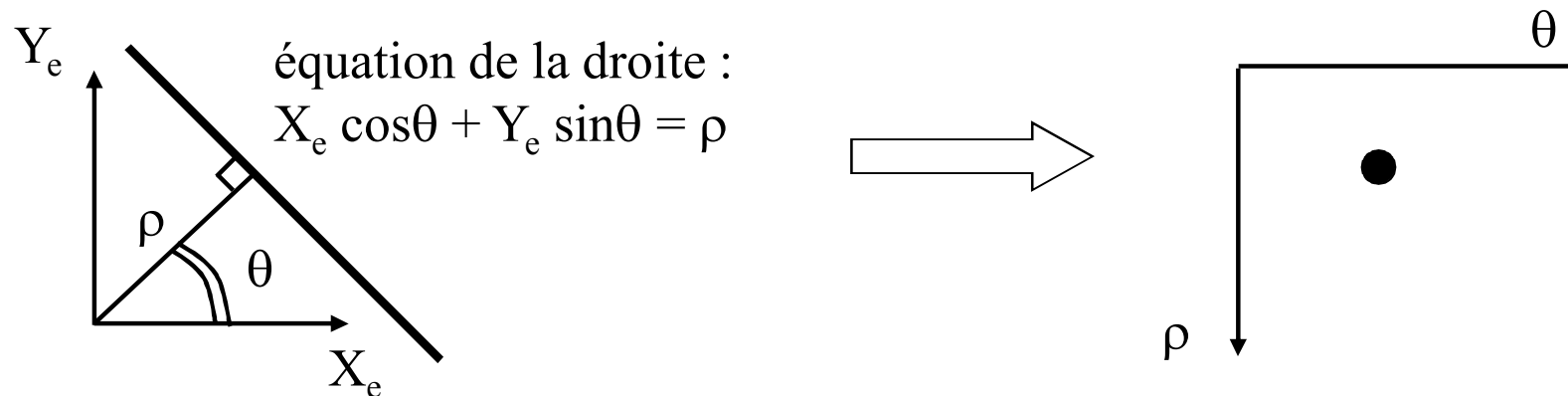
## Repérage des bandes sur le cliché de diffraction

Traitement de l'image :  
soustraction du fond continu,  
réglage du contraste et de la brillance



Comment repérer des bandes de largeur et d'orientation a priori inconnues ?

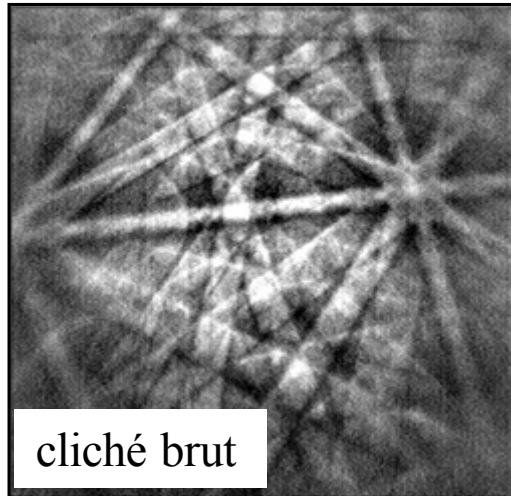
passage dans l'espace de Hough



en pratique : on détecte des bandes rectilignes (même valeur de  $\theta$ )

→ motifs verticaux en forme de « papillons » dans l'espace de Hough

## Indexation du cliché : détermination de l'orientation cristalline locale



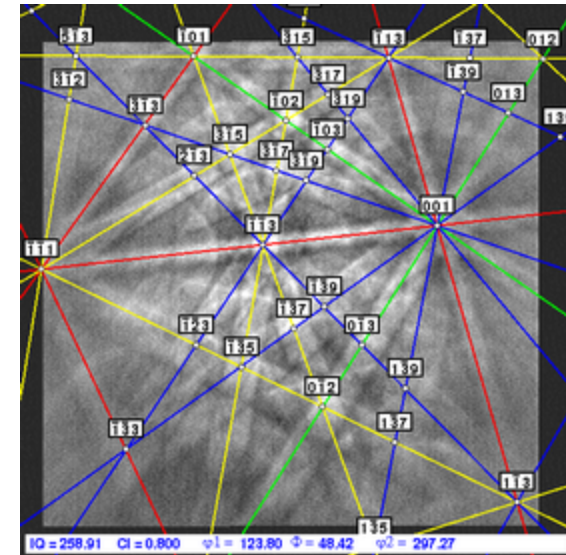
$IQ = 259$

$CI = 0.8$

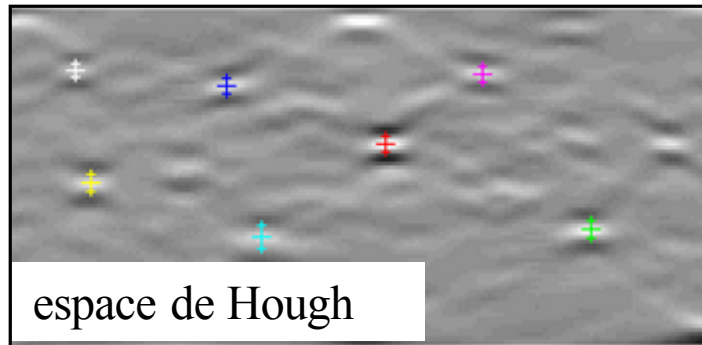
$\phi_1 = 123^\circ$


$\Phi = 48^\circ$

$\phi_2 = 297^\circ$



moyenne +  transformation de Hough



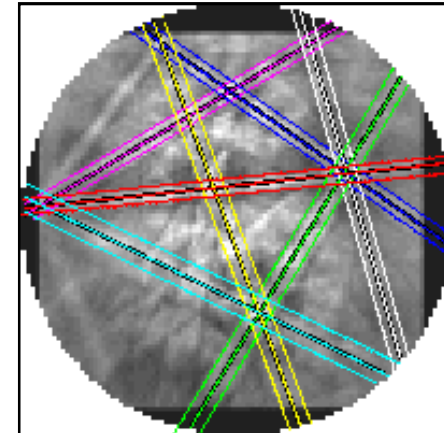
choix d'une solution  *CI : indice de confiance*

identification



des bandes

*IQ : indice de qualité d'image*

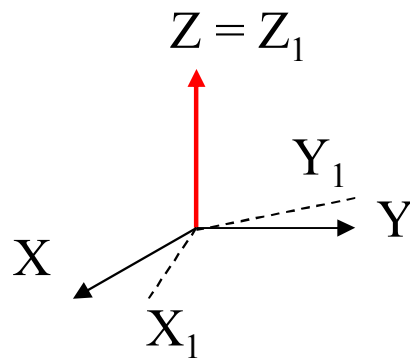


## Représentations courantes de l'orientation cristalline locale

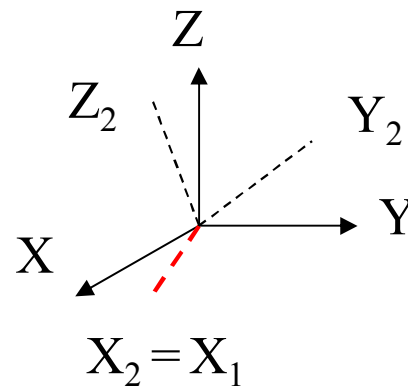
Matrice de **rotation**  $g$  :

du repère échantillon  $(X, Y, Z)$  vers le repère cristal  $(X_c, Y_c, Z_c)$  ou vice-versa

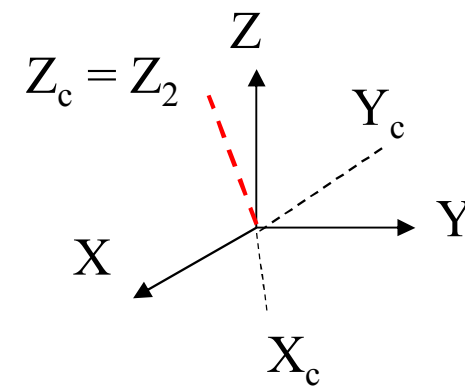
**Angles d'Euler** (notation de Bunge) :  $(\phi_1, \Phi, \phi_2)$  définissant trois rotations successives :



$\phi_1$  autour de  $Z$



$\Phi$  autour de  $X_1$



$\phi_2$  autour de  $Z_c$

**Paire axe-angle**  $(\underline{n}, \theta)$  avec  $\theta$  minimal (via les symétries du cristal)

**Vecteur de Rodrigues-Frank** :  $\underline{R} = \underline{n} \tan(\theta/2)$

**Quaternion** :  $q = (\cos(\theta/2); n_1 \sin(\theta/2); n_2 \sin(\theta/2); n_3 \sin(\theta/2))$

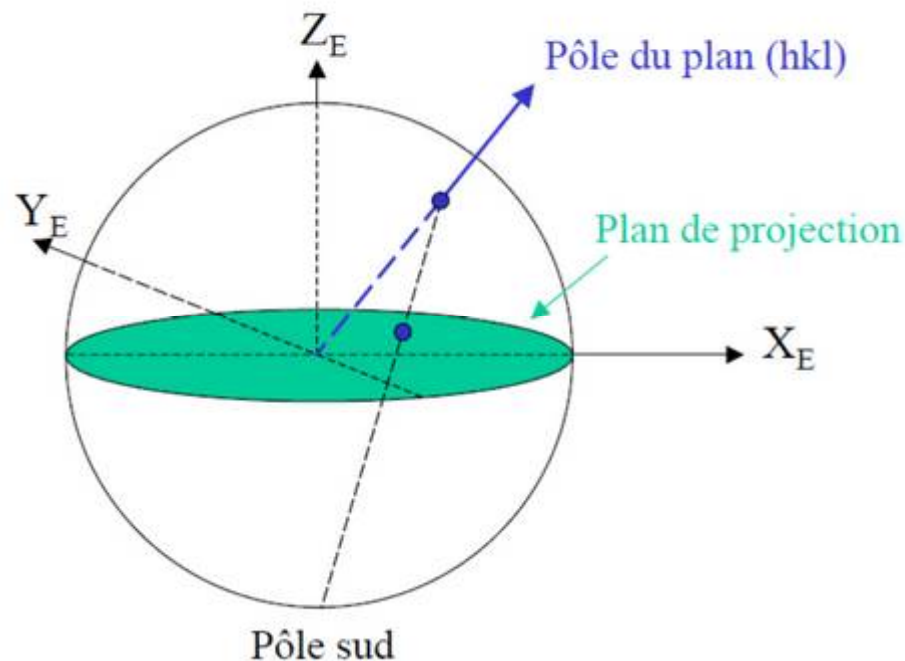
**Représentation des orientations : projection stéréographique**

Un point représente un « pôle » : la normale à un plan (hkl)

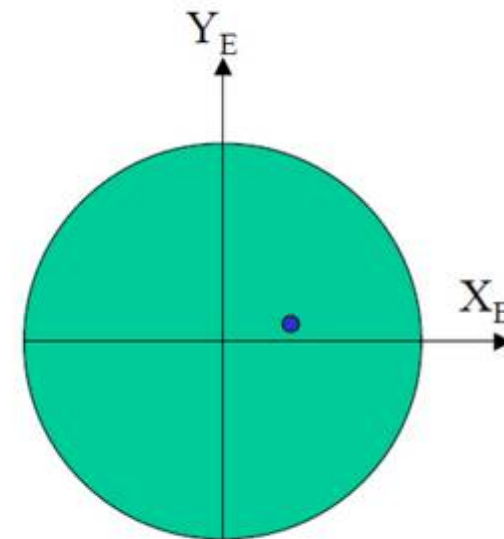
sauf pour le systèmes cubiques, les indices des plans ne sont pas ceux des normales  
(tenseur métrique du produit scalaire  $\neq$  identité)

Un plan est représenté par un « méridien »  $\rightarrow$  mesure des angles entre deux plans

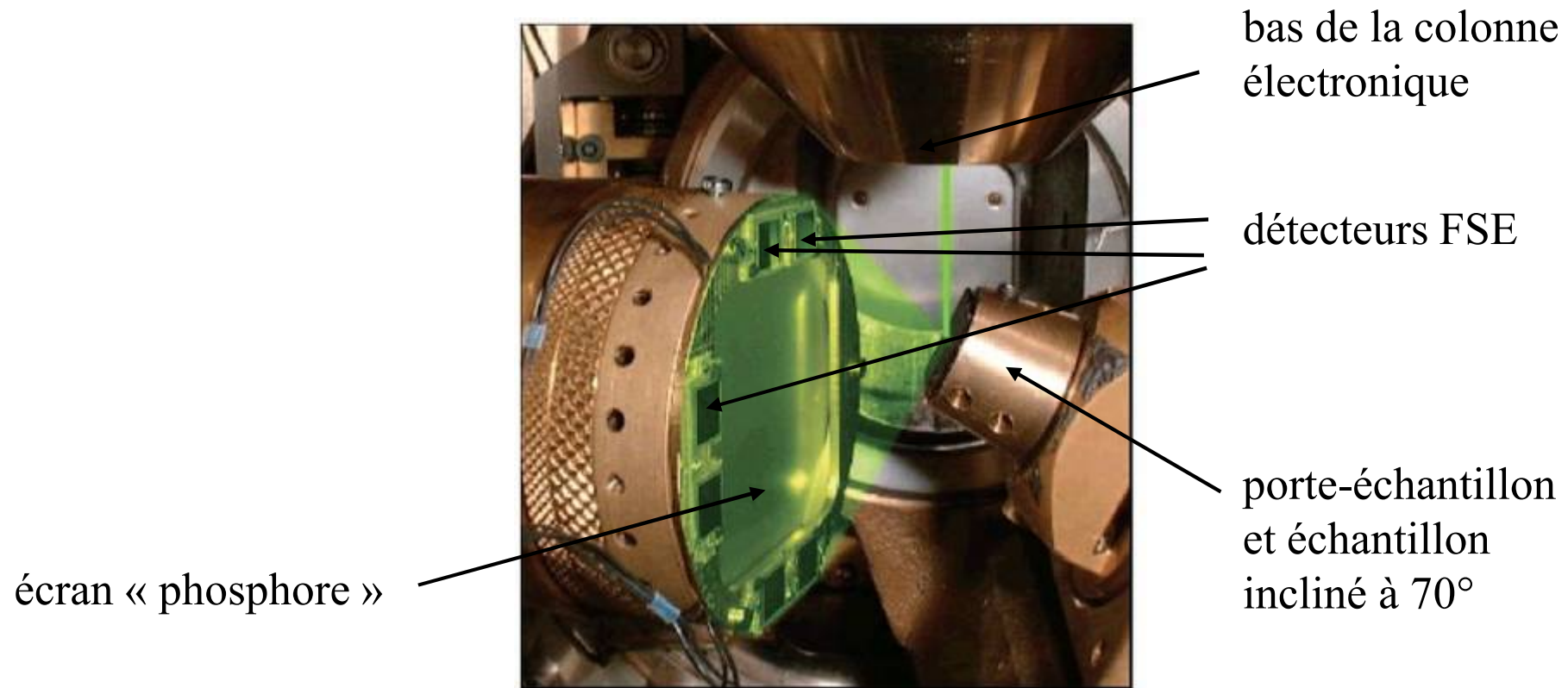
Un cône est représenté par un « parallèle »  $\rightarrow$  mesure des angles entre deux droites



Vue en 3D



Projection stéréographique

**Conditions opératoires (1)**

Faible rendement → forte inclinaison (typiquement : 70°)

- limite la taille des échantillons et la distance de travail  
ne toucher ni la pièce polaire, ni l'écran « phosphore » !
- forte distorsion de l'image (moins en FSE qu'en électrons secondaires)
- échantillon généralement non horizontal et non eucentrique
- focalisation non uniforme

## Conditions opératoires (2)

### Microscope :

- MEB standard ou à haute résolution (canon à émission de champ)
- haute tension : typiquement 20 kV
- diaphragme très ouvert
- courant échantillon : typiquement 1 nA
- inclinaison échantillon :  $70^\circ$  (rendement optimal)
- distance de travail : typiquement 15 à 20 mm
- distance écran-échantillon : 1 à quelques cm
- caméra : CCD intégration « on chip », SIT, maintenant numériques

### Echantillon : polissage mécanique soigné

+ polissage électrolytique ou attaque chimique ou thermique (céramiques)

- éviter l'écrouissage de surface et la corrosion
- isolants : on peut utiliser un dépôt conducteur de 1 à quelques nm d'épaisseur

## Conditions opératoires (3)

### Précautions de manipulation

- étalonnage de la distance entre la sonde électronique et l'écran « phosphore »
- bonne connaissance des axes physiques du MEB par rapport à l'imagerie
- bon alignement de l'échantillon par rapport aux axes physiques du MEB
- excellent alignement de la colonne
- réglage fin de l'astigmatisme, focalisation si possible dynamique
- correction optimale du bruit de fond sur le cliché

### Dimensionnement des cartographies

- temps d'acquisition : compromis entre rapidité et résolution angulaire
- pas des cartographies : nombre de points par cristal / temps d'acquisition
- taille de fichier compatible avec l'équipement de traitement des données
- nombre de cartographies (représentativité des données)
- repérage des zones analysées pour couplage avec d'autres techniques d'analyse

## Performances et limites de la technique (1)

### Performances d'analyse

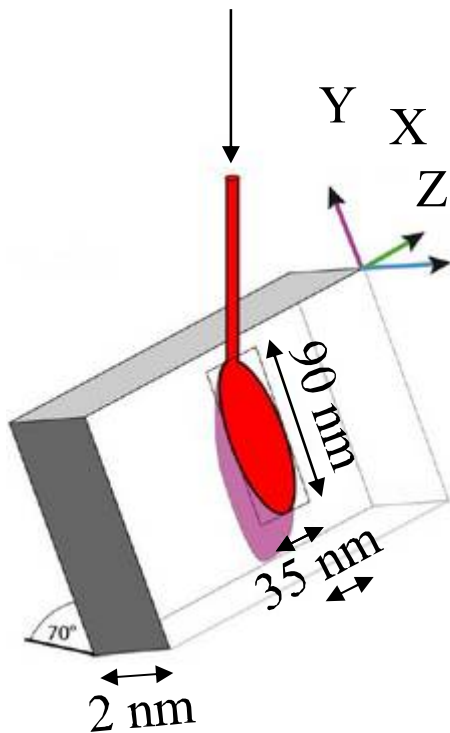
- résolution spatiale : typiquement 500 nm (filament W) à 20 nm (FEG très bien réglé)
- résolution angulaire : typiquement  $1^\circ$  en absolu (alignement de l'échantillon)  
et  $0.5^\circ$  en relatif (désorientation entre deux points voisins)
- cadence d'analyse : typiquement entre 10 et 500 points par seconde
- pas de cartographie : typiquement 50 nm à 100  $\mu\text{m}$  selon les besoins
- taille des cartographies : typiquement 20.000 à 500.000 points d'analyse
- identification possible des phases par couplage avec une analyse EDS, point par point

### Limites de la technique

- sensibilité à l'état de surface (les quelques premières dizaines de nm)
- la qualité du cliché dépend de l'orientation cristalline elle-même
- orientation 3D mais technique de surface : pas d'information géométrique en 3D

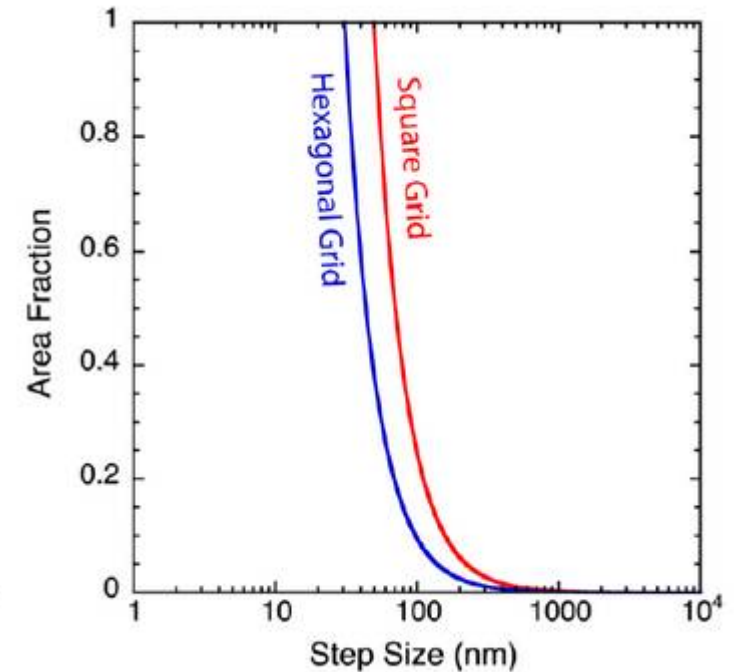
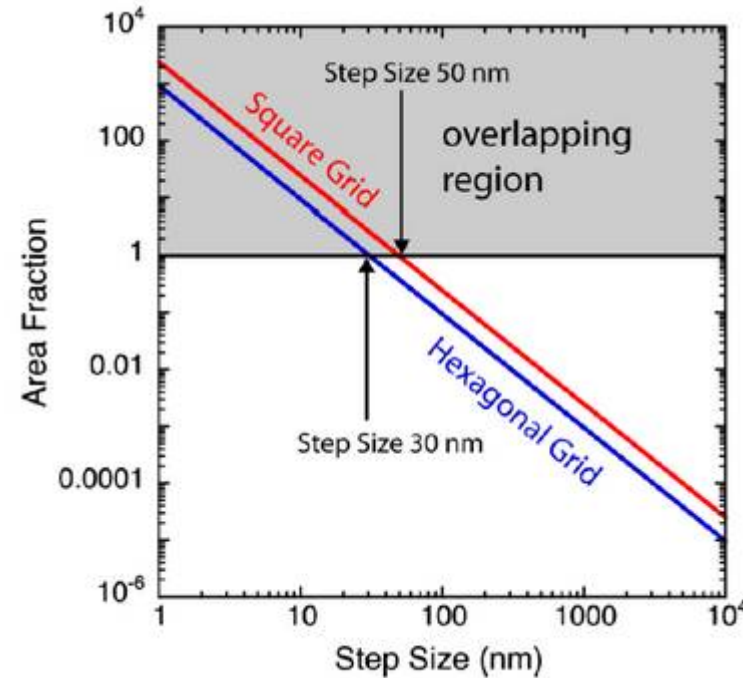
## Performances et limites de la technique (2)

faisceau incident



(Fe, 15 kV)

*d'après D. Mainprice*



Résolution spatiale dans le fer, 15 kV, inclinaison  $70^\circ$  :

- grille carrée : recouvrements à partir de 50 nm
- grille hexagonale : recouvrements à partir de 30 nm

*d'après S. Zaefferer*

Compromis entre résolution spatiale, effets d'échantillonnage  
et capacités d'acquisition/traitement des données → **selon les besoins**

**Un domaine d'applications très vaste**

Visualisation des grains

Recristallisation : germination et développement des composantes de texture

Joints de grains : angles de désorientation, joints de coïncidence

Identification de phases : symétries, avec et sans information chimique (EDS)

Transformations de phase : relations d'orientation, germination, sélection de variants

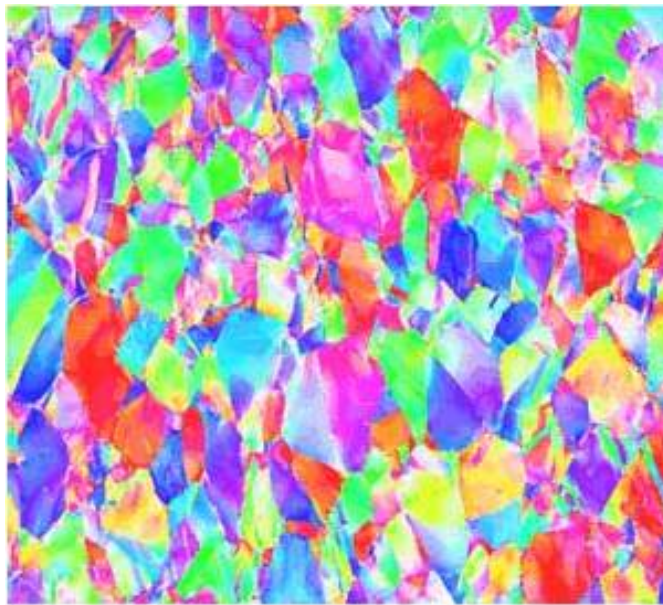
Déformation : détérioration du cliché ou rotations internes aux grains

**Exemple 1 : Visualisation des grains**

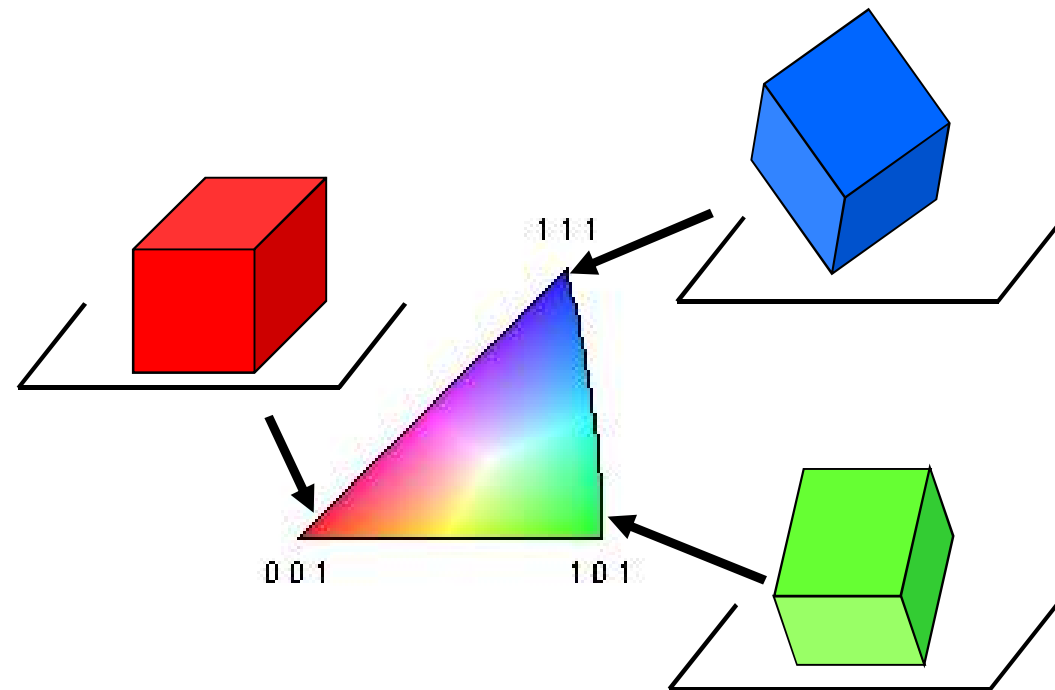
Echantillon de nickel recristallisé

Représentation des orientations : coloration selon l'orientation cristalline  
d'une direction donnée de l'échantillon

Possibilité de compter ou non les macles dans les grains



400 μm

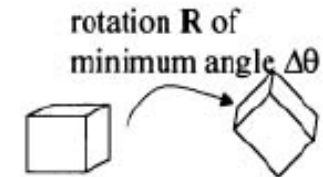


source : <http://www.edax.com>

## Exemple 2 : Caractérisation des joints de grains

### Classification des joints de grains

par angles de désorientation : faible ( $< 15^\circ$ ) ou élevé ( $> 15^\circ$ )



certaines joints de forte désorientation se comportent d'une manière « spéciale »

par la théorie du réseau de coïncidence (CSL)

$\Sigma$  = densité de sites communs aux deux grains voisins

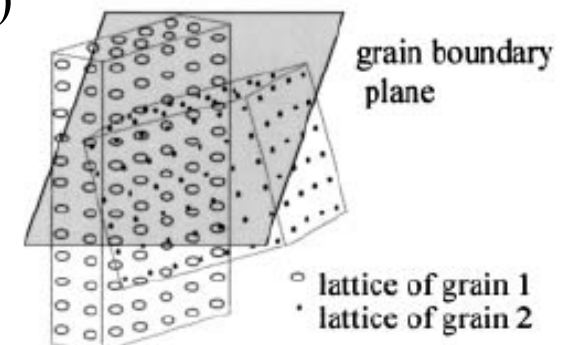
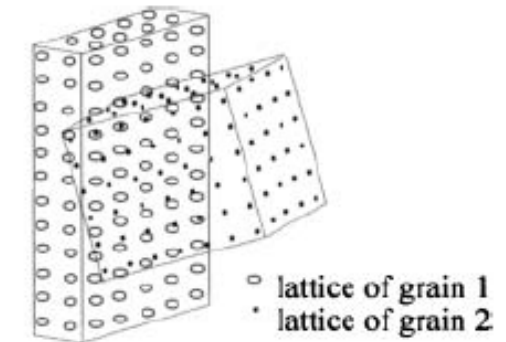
structures CC et CFC :  $\Sigma$  impair  $< 29$  (ou 49)

écart toléré par rapport aux désorientations « idéales » :

$$\theta < \theta_0 \cdot \Sigma^{-n}$$

$$\theta_0 = 15^\circ \text{ et } n = 1/2 \text{ (Brandon) ou } 5/6 \text{ (Aust-Palumbo)}$$

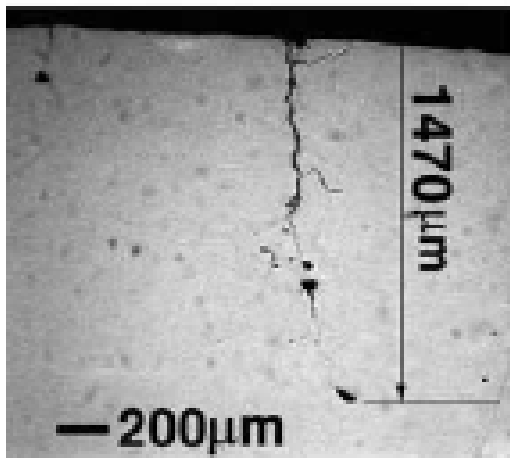
plan de joint : nécessite une détermination géométrique



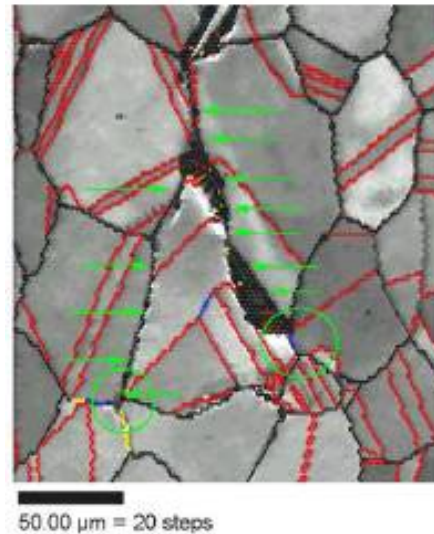
(A.F. Gourgues, *Materials Science and Technology*  
vol. 18 (2002) pp. 119-133)

## Exemple 2 : Caractérisation des joints de grains

Corrosion sous contrainte d'un laiton Amirauté (Cu - 28% Zn - 1% Sn)



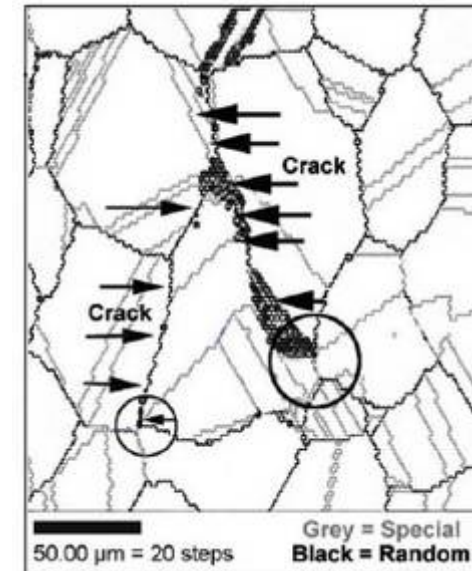
vue de la fissure  
au microscope  
optique



cartographies EBSD de la pointe de fissure

- joints quelconques
- $\Sigma 3$  (joints de macles)
- autres joints spéciaux

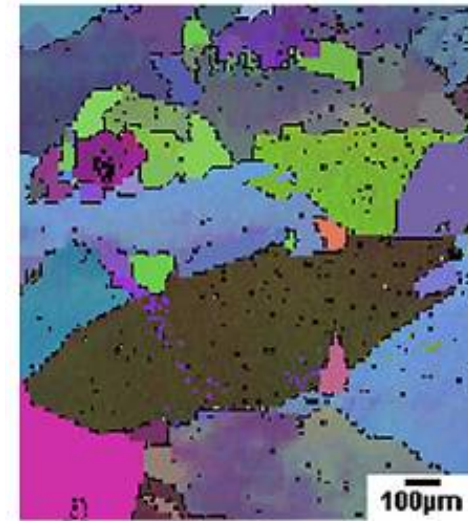
→ la fissure ne se propage que dans les joints quelconques



**Exemple 3 : Recristallisation**

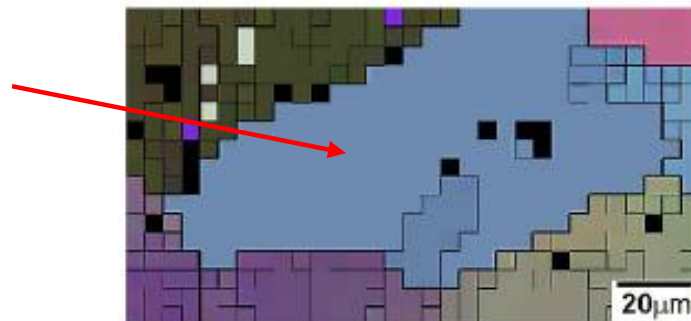
Aluminium pur, laminé à froid puis recuit à 300°C dans un bain d'huile

avant recuit



après recuit :  
germination  
de nouveaux grains

Critère de discrimination entre grains recristallisés et grains non recristallisés :  
les grains recristallisés n'ont pas de gradient d'orientation interne  
(lignes fines : désorientations  $\geq 2^\circ$  entre pixels voisins)



*T.J. Sabin, G. Winther, D. Juul Jensen,  
Acta Materialia 51 (2003) pp. 3999-4011*

## Exemple 4 : Identification des grains et des phases

Acier inoxydable austéno-ferritique moulé

Longueurs caractéristiques de la microstructure :

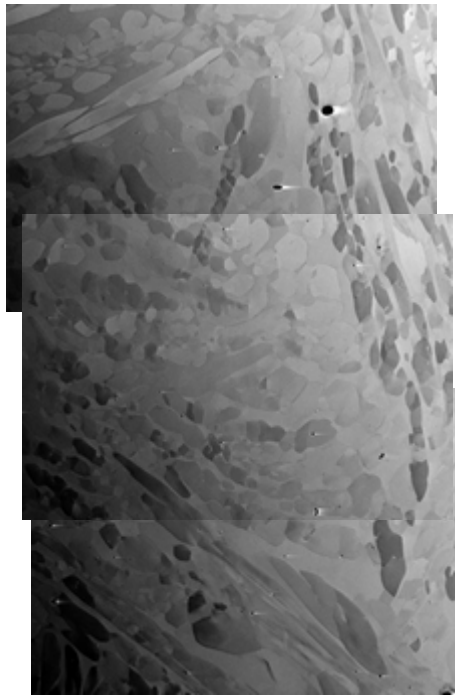
→ qu'est-ce qu'un « grain »?

grains  $\delta \sim \text{cm}$  (solidification)

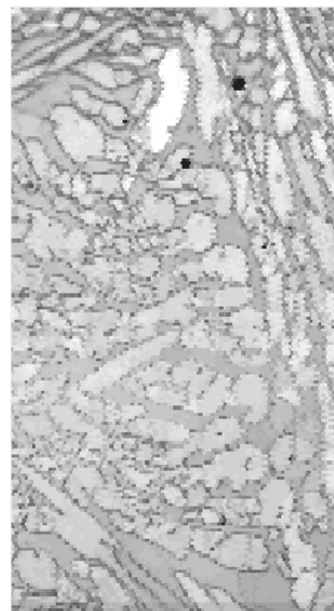
grains  $\gamma \sim \text{mm}$

« lattes »  $\delta$  and  $\gamma$  : largeur  $\sim 50 \mu\text{m}$

démixtion de  $\delta \sim \text{nm}$

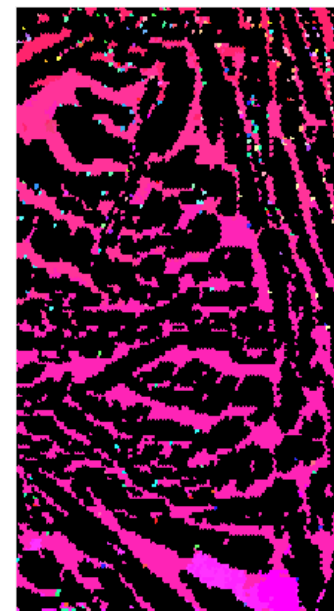


imagerie BSE



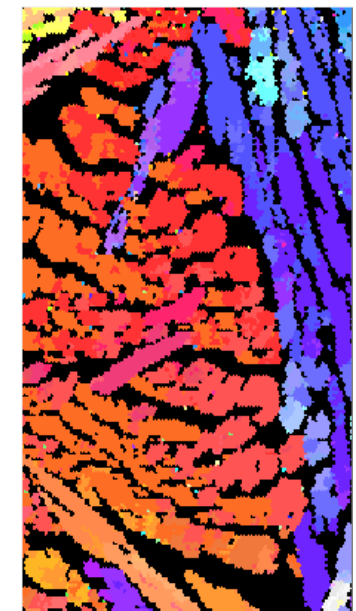
200.0  $\mu\text{m}$  = 20 steps Shaded IQ

EBSD : IQ



200.0  $\mu\text{m}$  = 20 steps Tiled [100]

Texture de la phase  $\delta$



200.0  $\mu\text{m}$  = 20 steps Tiled [100]

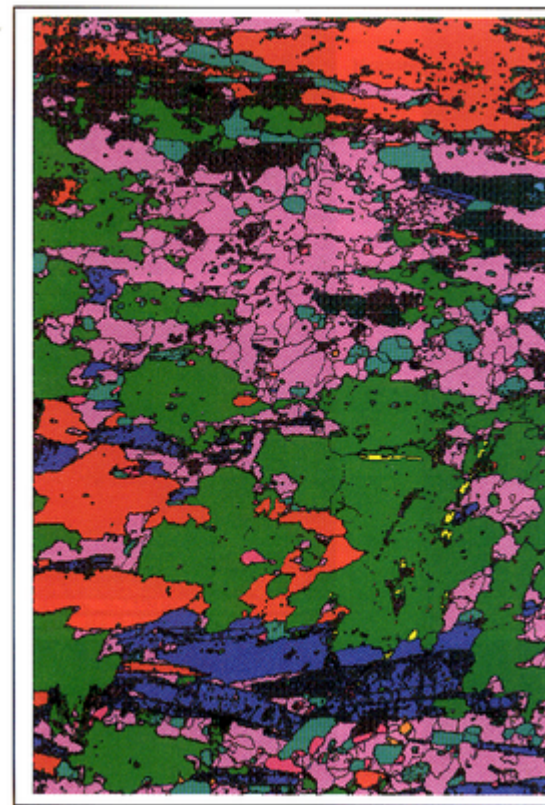
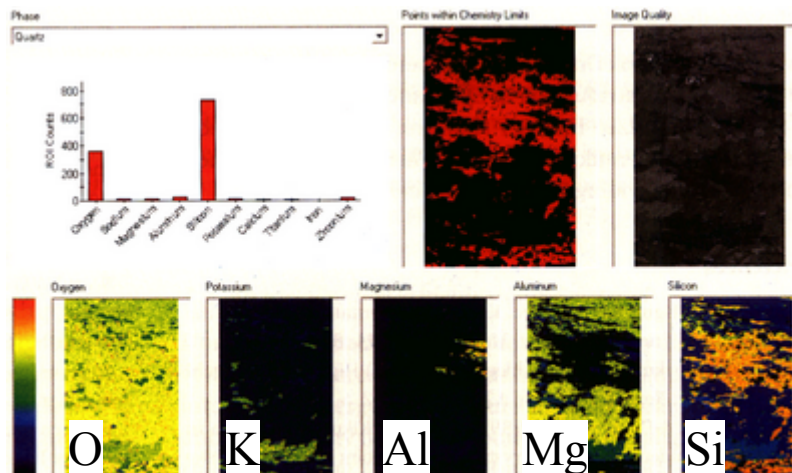
Texture de la phase  $\gamma$

1 mm

## Exemple 5 : Identification de phases avec EBSD + EDS

Echantillon minéralogique

Pour chaque point, l'analyse EDS permet de présélectionner des phases admissibles pour l'analyse EBSD



Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Phase

Phase	Total Fraction	Partition Fraction
Kyanite	0.141	0.141
Andalusite	0.301	0.301
Sillimanite	0.004	0.004
Muscovite	0.098	0.098
Quartz	0.334	0.334
Chlorite	0.020	0.020
Rutile	0.010	0.010
Hematite	0.051	0.051
Zircon	0.001	0.001

Boundaries: Rotation Angle

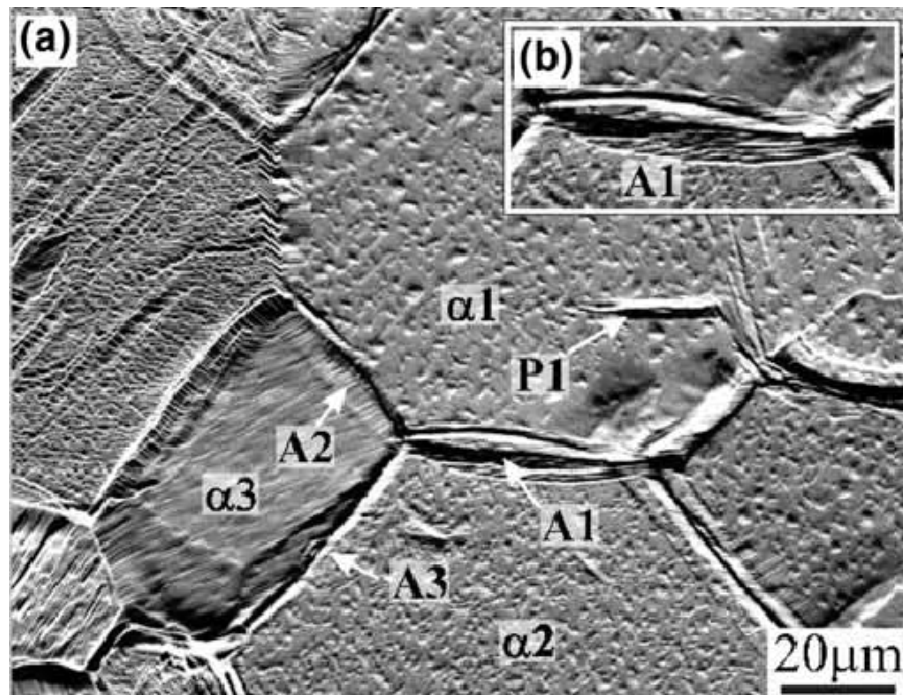
Min	Max	Fraction	Number	Length
15°	180°	0.871	175233	50.59 cm

\*For statistics – any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary  
(total number = 201285, total length = 58.11 cm)

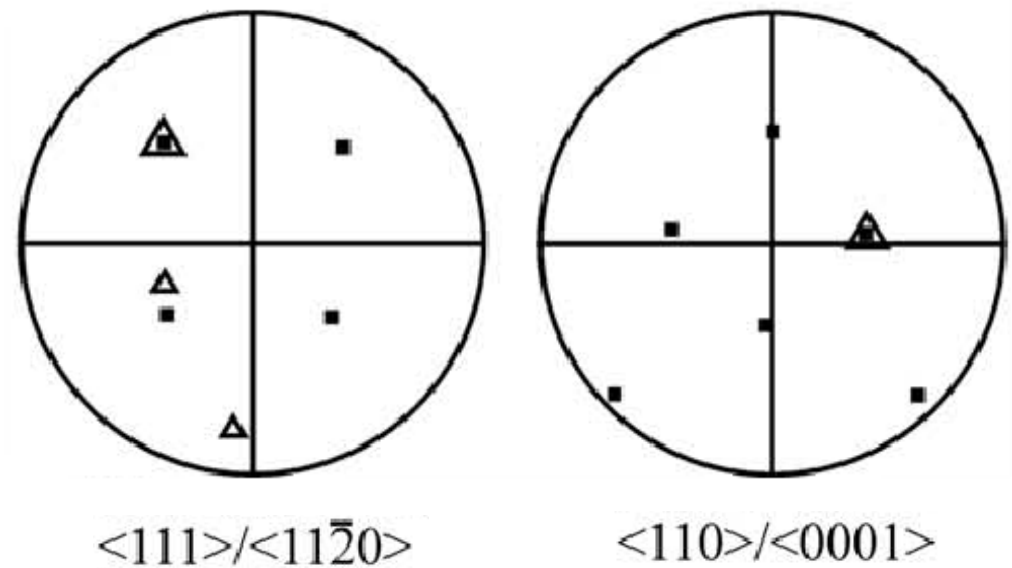
### Exemple 6 : Transformations de phase in situ

Transformation  $\alpha$  (hexagonale)  $\rightarrow$   $\beta$  (cubique centrée) dans le titane vers 882°C

Acquisition simultanée (au cours de la transformation) des images BSE et des orientations cristallines  $\rightarrow$  relations d'orientation entre phases



imagerie (attaque thermique)



figures de pôles  $\left\{ \begin{array}{l} \blacksquare \text{ A2 (phase } \beta) \\ \blacktriangle \text{ } \alpha 3 \text{ (phase } \alpha) \end{array} \right.$

## Conclusions

Technique puissante, qui équipe de plus en plus de MEB

Connaissances nécessaires : cristallographie, microscopie électronique à balayage

Récents développements :

- caméras numériques ultra-rapides
- couplage avec la spectrométrie EDS
- caractérisation in situ : essais mécaniques ou traitements thermiques
- couplage avec des modèles : mécaniques, thermodynamiques, métallurgiques...