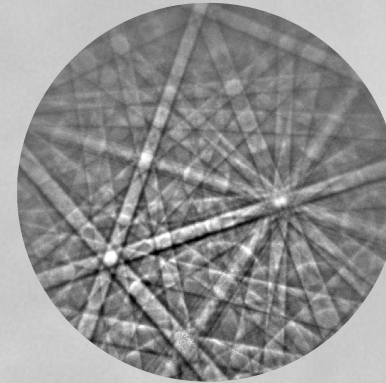
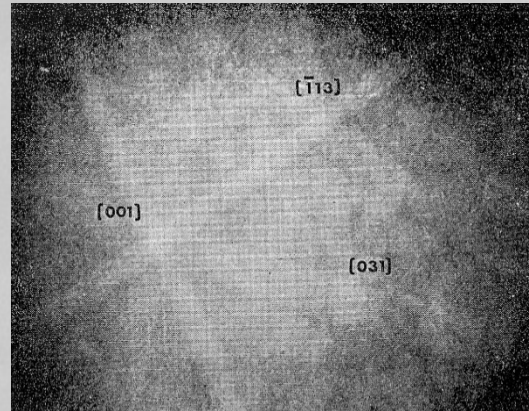


EBSD : un historique



ou

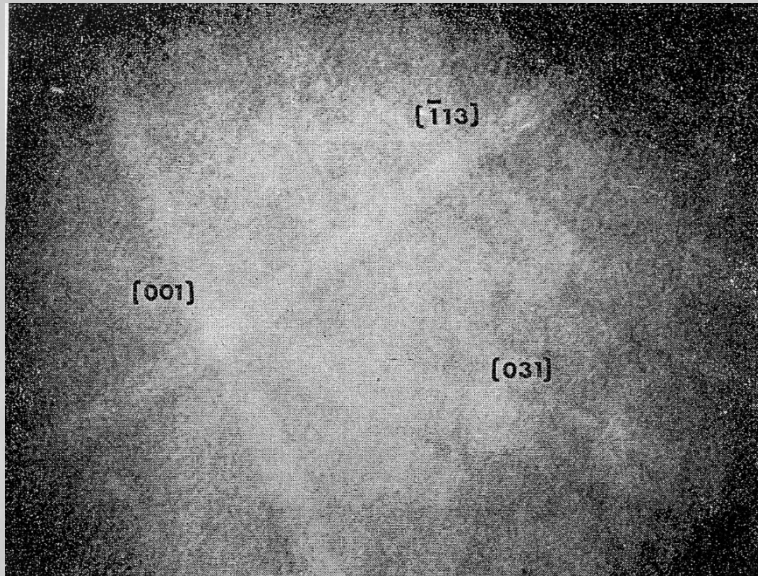
EBSD : de la minute au millième de seconde

François Brisset



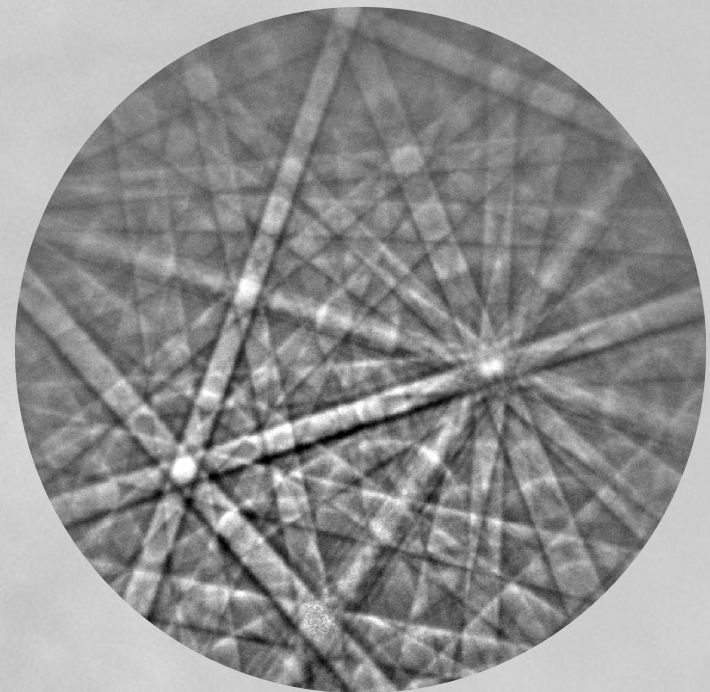
L'analyse EBSD – Evolutions et exemples d'application

lundi 25 et mardi 26 Novembre 2013, Université Pierre et Marie Curie, Jussieu, Paris



Comment être passé de ... ←

à ...



et de ↑ à ...

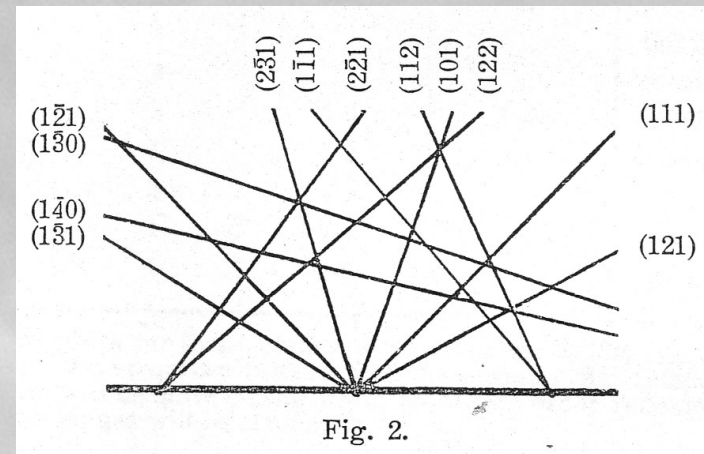
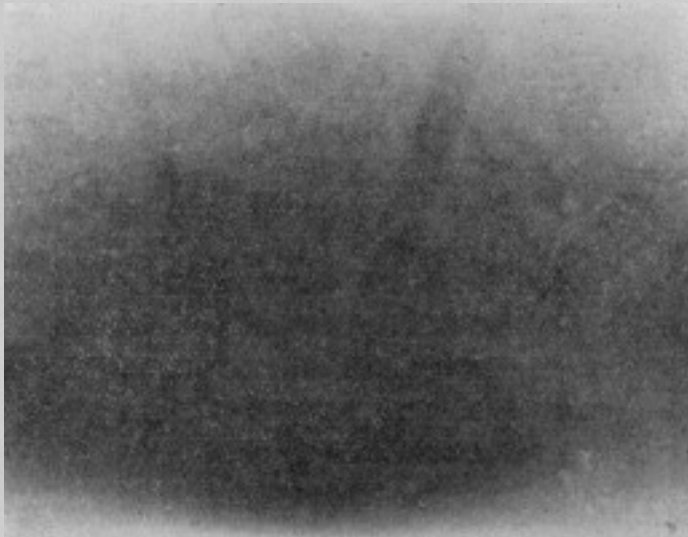


Là où tout à commencé !

À l'origine un papier :

S. Nishikawa, S. Kikuchi (1928) "The Diffraction of Cathode Rays by Calcite", *Proc. Imperial Academy (of Japan)*, **4**, 475-477.

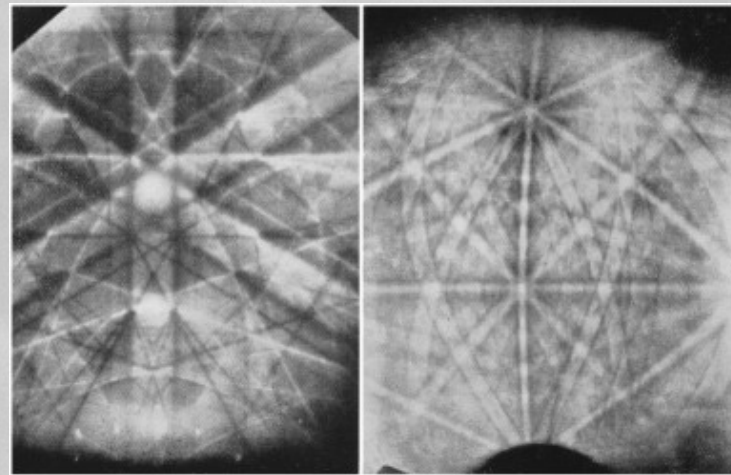
Un faisceau de ~ 50 keV généré dans une chambre à décharge de gaz est dirigé vers un échantillon de calcite sous une incidence rasante (6°) ; le cliché étant enregistré sur plaque photographique.



... lente progression ...

R. Meibom, E. Rupp (1933), Z. Phys. 82, 690.

H. Boersch (1937) "About bands in electron diffraction", *Physikalische Zeitschrift*, **38**, 1000-1004



Fe

fluorine

Avec des électrons de 20 kV et des plaques photographiques des clichés de Kikuchi sont enregistrés à partir de surfaces clivées, polies ou découpées sur des matériaux tels que : Fe, NaCl, KCl, PbS, CaCO₃, CaF₂, quartz, mica, diamant, Cu.

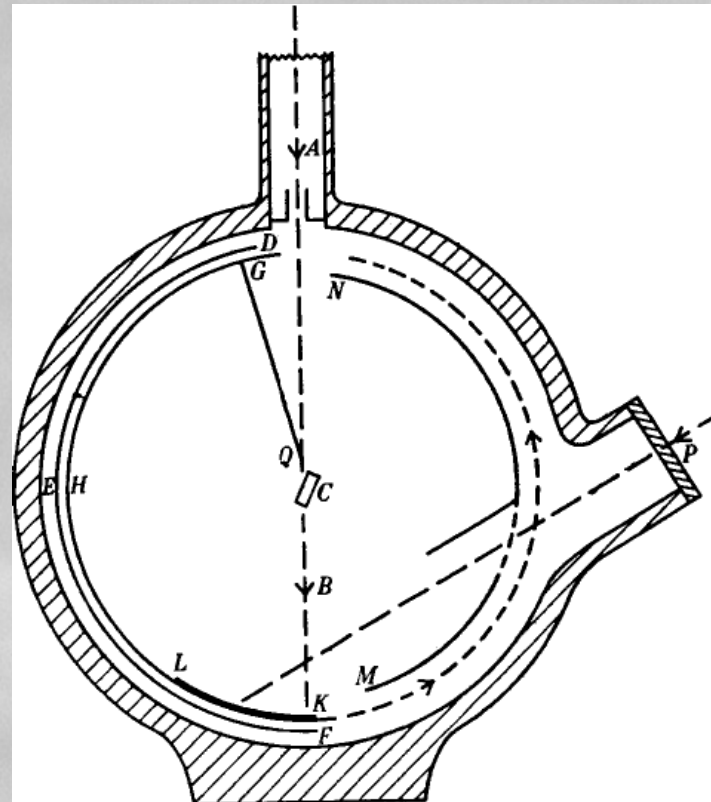
... lente progression ...

M. N. Alam, M. Blackman, and D. W. Pashley (1954) "High-angle Kikuchi Patterns", *Proc. Royal Society of London*, **A221**, 224-242.

Enregistrement de clichés sur film photographique et réalisé dans une chambre cylindrique spécialement conçue.
Système dédié pour des électrons de 6 à 50 keV.

Electrons de A vers B.
C le cristal.
DEF film photographique.
GHK cache.
LK écran phosphorescent.
Mn cache.

High-angle Kikuchi Patterns



A droite : un cliché d'un cristal de sulfure de plomb sur film.
Cliché sous un angle de 145° . Sur l'ensemble du cliché il y a un contraste important et variable.

$\phi = 165^\circ$

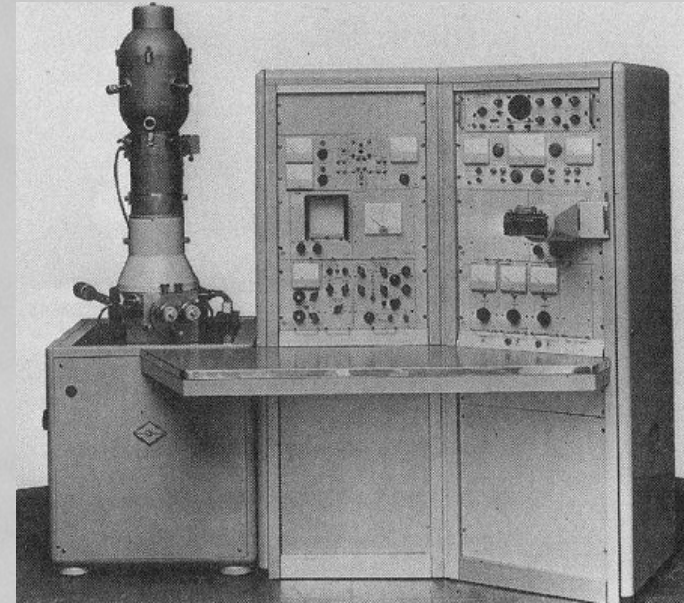


$\phi = 20^\circ$

Le MEB

1965 – premier microscope électronique à balayage commercial

Cambridge Stereoscan MKII

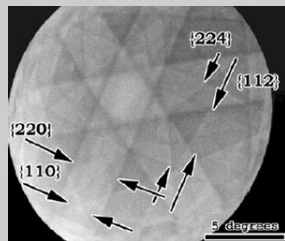


1967 – Mise en évidence des lignes de pseudo Kikuchi par Coates

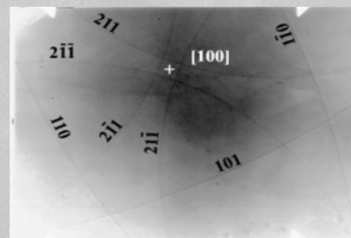
1971 – SACP Joy et al. (Oxford)

1973 – Kossel diffraction, Biggin et Dingley, (X-ray) dans un MEB (Bristol).

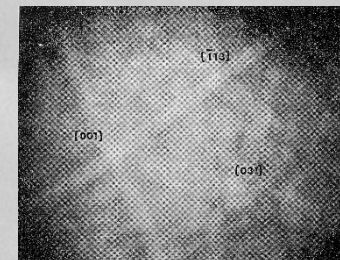
1973 – Diffraction des électrons dans MEB, Venables et al (Unvi. of Sussex).



SACP



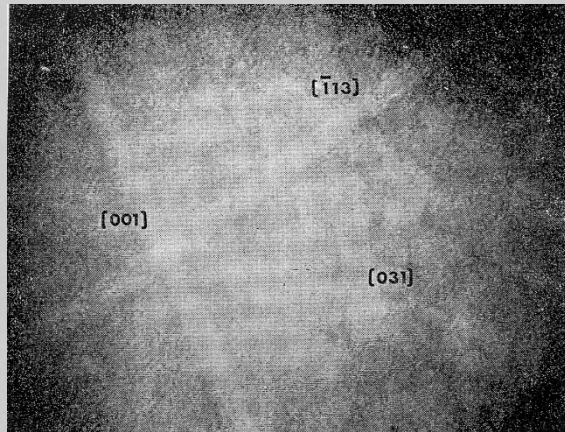
Kossel



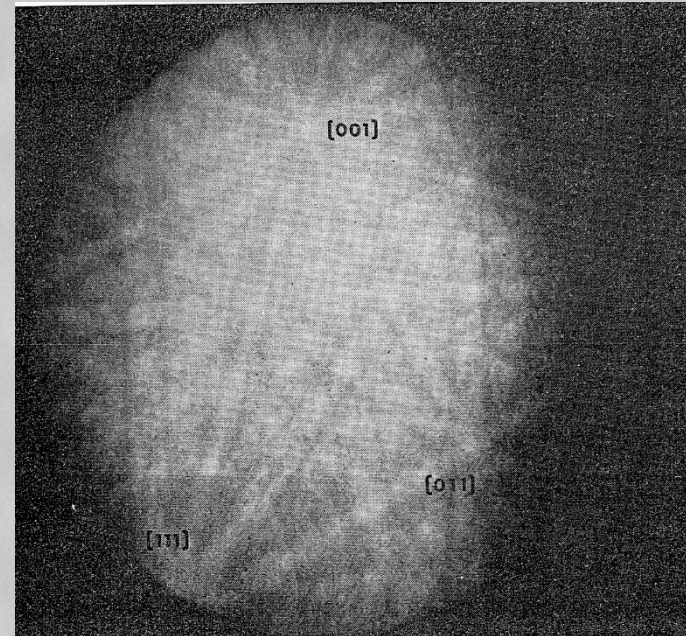
EBSD

Diffraction en MEB

J. A. Venables and C. J. Harland (1973) "*Electron Back-Scattering Patterns – A New Technique for obtaining Crystallographic Information in the Scanning Electron Microscope*", *Phil. Mag.*, 2, 1193-1200.



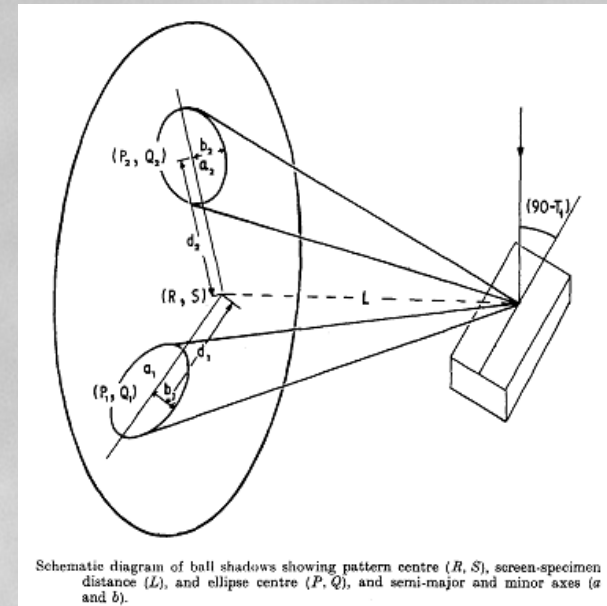
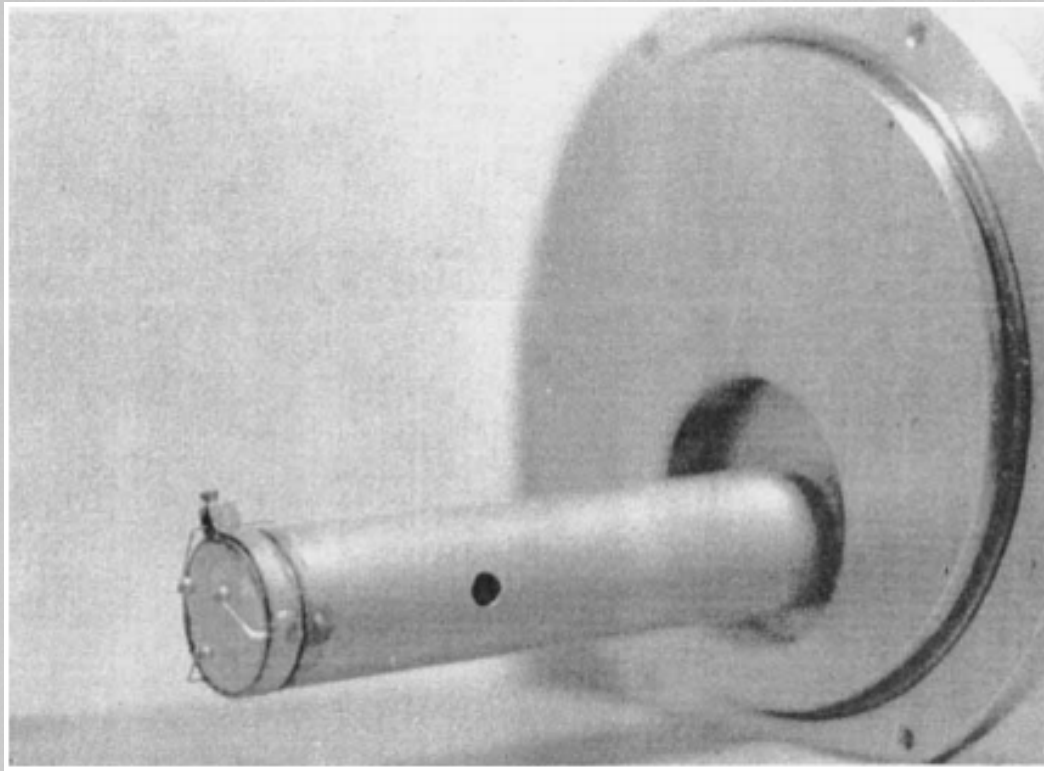
Observation d'un cliché de Si (111)
sur écran phosphorescent et
enregistré avec caméra TV.
Faisceau de 500 nA, 0.25 sec.



Observation d'un cliché de W (001) sur écran
phosphorescent et enregistré avec caméra TV.
éch. orienté plus vers l'écran (angle solide \uparrow).
Faisceau de 500 nA, 0.25 sec.

Précision de la mesure de l'orientation

J. A. Venables and R. Bin-Jaya (1977) "Accurate microcrystallography using EBSPs", *Phil. Mag.*, 35, 1317-1321.



Utilisation d'un système à 3 boules afin d'être capable de calculer avec une précision de 1° l'orientation du cristal.

La position du PC est au point d'intersection des axes majeurs et la distance écran-échantillon est déterminée à partir de l'ellipticité.

(3 boules : méthode utilisée précédemment par D. Dingley pour les diagrammes de Kossel (1975)).

... 3 techniques pour un MEB...

Il y a donc à présent 3 techniques pour observer les clichés de diffraction dans un MEB :

- the electron channeling pattern technique (ECP)
- the X-ray Kossel line technique (XKL)
- the electron back-scattering pattern technique (EBSP)"

Un papier important sort en **1981** par David Dingley.

(D.J. Dingley, *"a comparison of diffraction technique for SEM, Scanning electron microscopy, IV, 273 (1981).*

A l'époque :

- Pour obtenir des clichés SACP, il faut pouvoir incliner le faisceau du MEB. Ce n'est pas possible sur toutes les machines. Un inconvénient important est que l'angle solide de collection du cliché est faible et résolution assez faible, avantage utilisation du BSE du MEB, par exemple.
- Pour obtenir des clichés de Kossel, voir l'exposé sur le sujet. Avantage lignes bien définies donc il est possible de remonter plus aisément aux paramètres de maille. Inconvénients la haute tension nécessaire à générer des signaux, le temps d'acquisition car l'intensité est très faible, une résolution faible.
- L'obtention des clichés EBSD permet un angle solide d'acquisition important, une bien meilleure résolution et une acquisition raisonnable en temps.

... 3 techniques pour un MEB...

3 exemples de clichés 1981

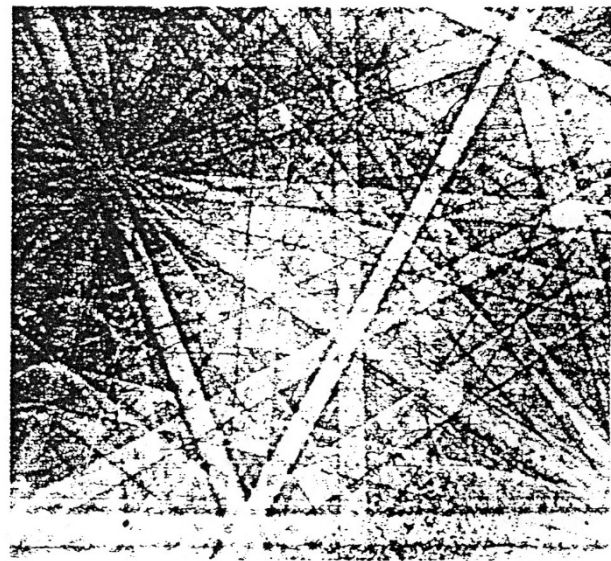


Fig 3(b) EBSP from GaP using direct photography, 30kV, specimen to film distance 10 mm, specimen current 0.1nA, exposure time 5 secs.

EBSD : 30 kV, 0.1 nA, 5 sec.

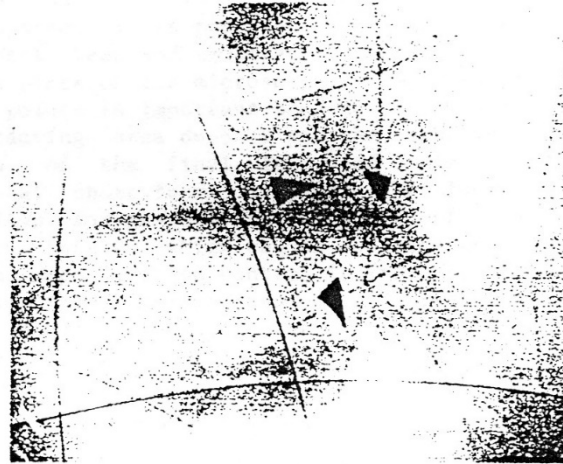


Fig 4c Pseudo transmission MKXPD from diamond, using CuK α radiation 30kV, specimen to film distance 40 mm, specimen current 40nA, exposure time 8 mins.

Kossel :
30 kV, 40 nA, 8 min.
écran pour filtrer les électrons

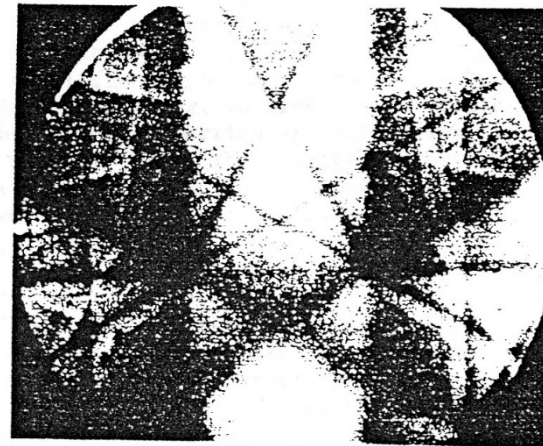


Fig 5 SACP from silicon using Cambridge Stereoscan, 30 kV.

SACP :
30 kV, crt fort mais limité par diaphragme, faible WD et min. mag. si on veut un angle solide plus grand

Conclusion :

→ EBSD (ou BKP) semble beaucoup plus prometteuse :

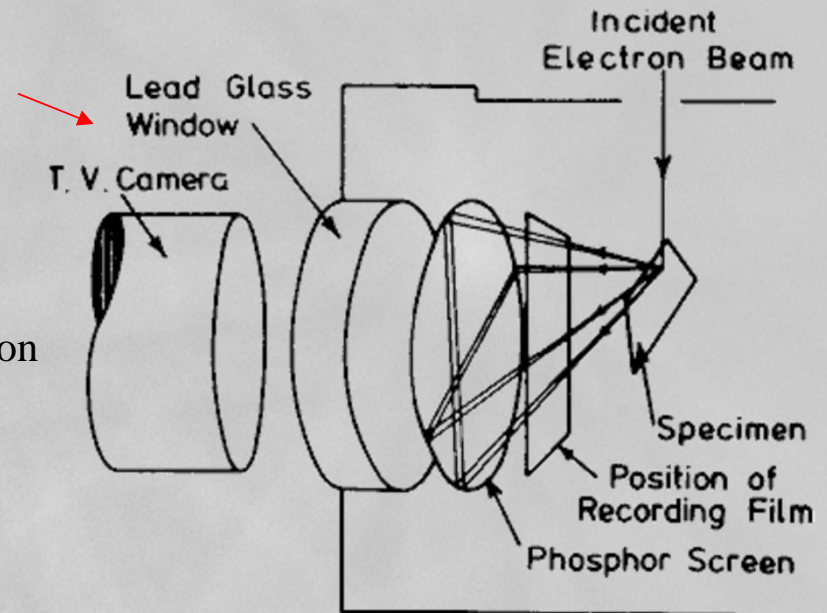
- meilleure résolution spatiale (fraction de microns / quelques microns - clichés SACP et Kossel).
- large angle de collection des clichés – permet étude de structures complexes (basse symétrie).
- facilité à enregistrer les données dès que les systèmes d'acquisition seront adaptés aux chambres des MEB.
- des temps d'acquisition beaucoup plus courts que pour le Kossel.

Des 3 techniques disponibles ...
... plus rien ne va arrêter l'EBSD !

Identifier les axes de zone

D.J. Dingley (1984) "Diffraction From Sub-Micron Areas Using Electron Backscattering In A Scanning Electron Microscope", *Scanning Electron Microscopy*, **11**, 569-575.

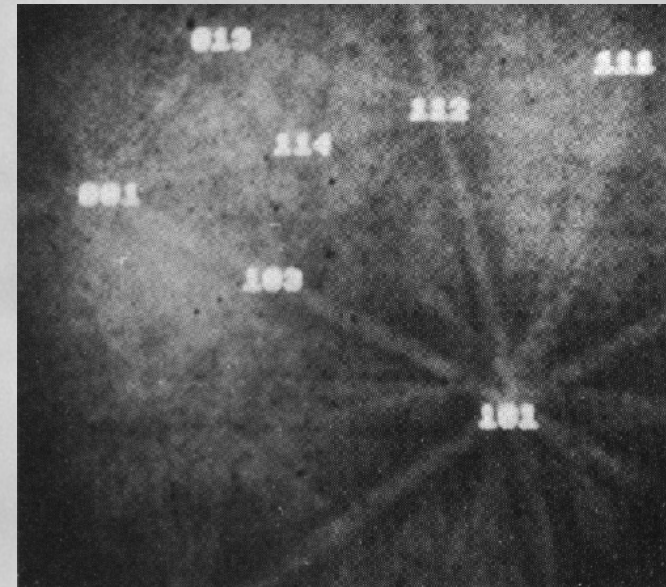
D. J. Dingley, M. Longdon, J. Wienbren and J. Alderman (1987) "On-line Analysis of Electron Backscatter Diffraction Patterns, Texture Analysis of Polysilicon", *Scanning Electron Microscopy*, **11**, 451-456.



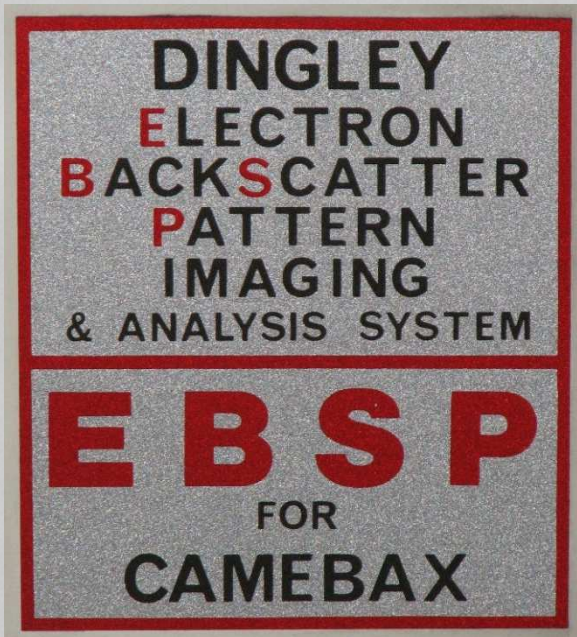
<1984 film or TV camera

> 1984 – Utilisation d'une camera vidéo (type SIT) et aide à l'indexation par ordinateur

1987 - Premier produit commercial



Orsay 1989



EBSD sur un Zeiss 940

système installé précédemment sur une microsonde de Castaing Camebax

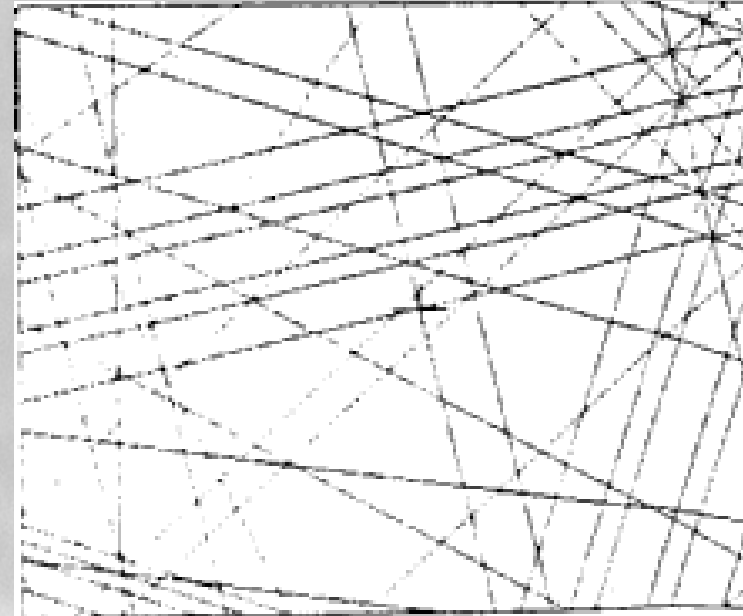
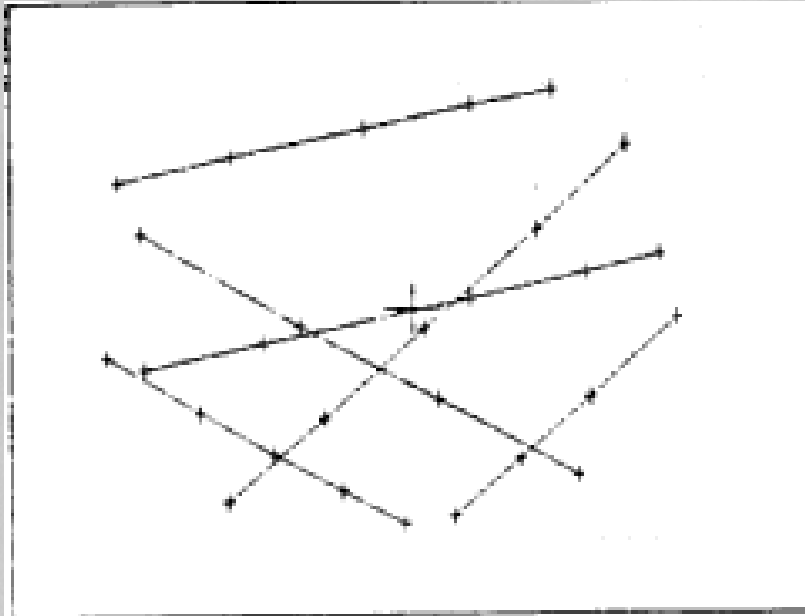
Contrôle de platine (pré-inclinée à 70°) à 0.1 micron (pas de contrôle de faisceau)

Logiciel sous QuickBasic

Tracer des bandes ou pointer des pôles

N.-H. Schmidt and N. Ø. Olesen ([1989](#)) "Computer-Aided Determination Of Crystal-Lattice Orientation From Electron-Channeling Patterns In The SEM", *Canadian Mineralogist*, **27**, 15-22.

D.J. Dingley ([1990](#)), "Development in on-line crystal orientation measurement", Inst. Of Physics Conf. Series, EMAG, London and Bristol, 473.

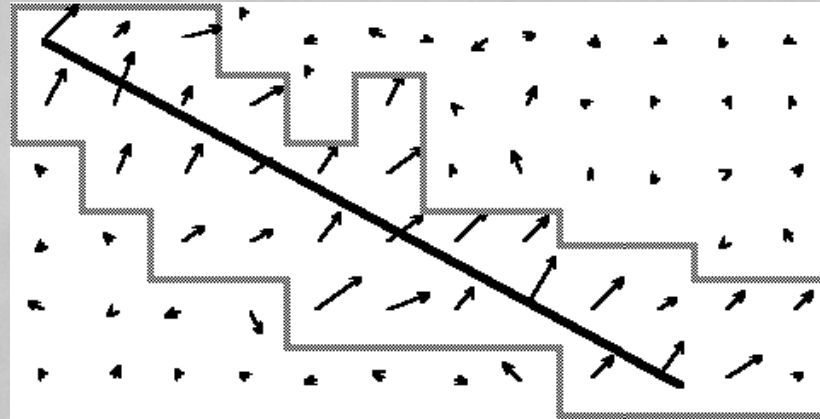


- 1- L'utilisateur doit juste identifier au moins 3 bandes
- 2- L'utilisateur doit pointer 3 axes de zones.

→ beaucoup moins de connaissance en cristallographie !

Détection automatique des bandes 1

S. I. Wright and B. L. Adams (1992) "Automatic Analysis of Electron Backscatter Diffraction Patterns", *Met. Trans. A*, **23**, 759-767.



- La méthode de Burns, va regrouper les pixels ayant des gradients d'orientation similaires.

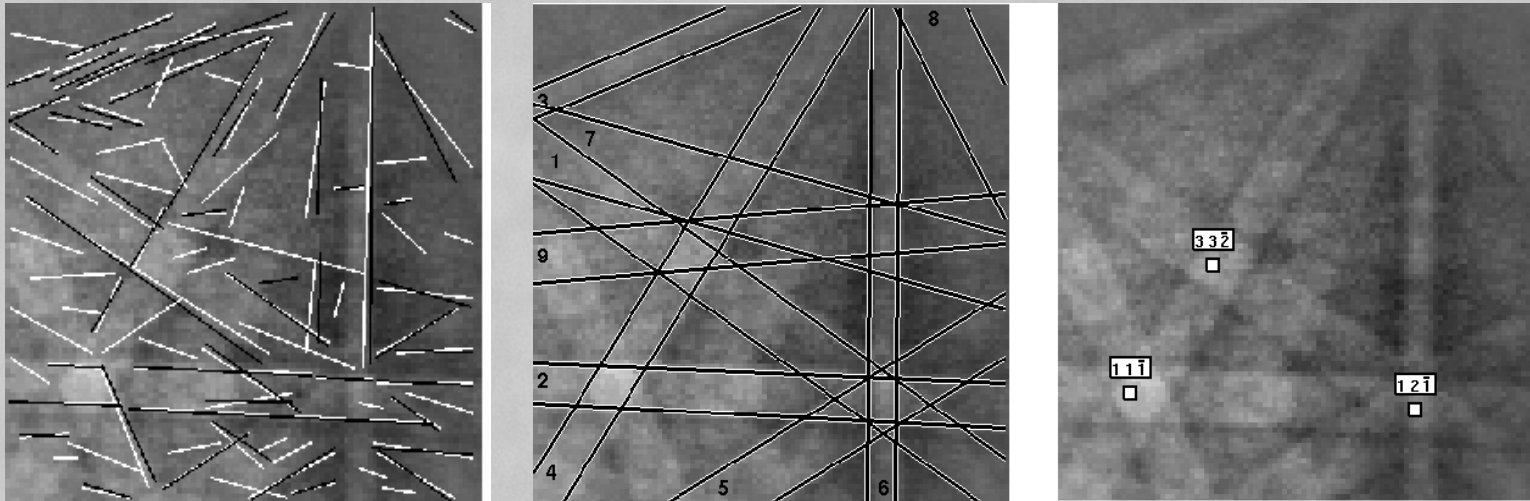
J.B. Burns et al (1986), "Extracting straight lines", *IEEE Transactions on pattern analysis and machine intelligence*, 8, 425-455.

D.H. Ballard (1981) "Generating the Hough transform to detect arbitrary shapes", *Pattern recognition*, 13, 122.

P. Hough, (1962), Brevet US 3 069 654, "Method and Means for Recognizing Complex Patterns"

Détection automatique des bandes 1

S. I. Wright and B. L. Adams (1992) "Automatic Analysis of Electron Backscatter Diffraction Patterns", *Met. Trans. A*, **23**, 759-767.



Application de Burns à un cliché EBSD :

- 1- détecter les segments, les regrouper, puis créer les lignes et les caractériser.
- 2- trouver les bandes (différents critères dont la largeur) et rechercher si à partir des segments restant d'autres bandes peuvent être constituées.
- 3- détermination de l'orientation en fonction des angles que font les bandes entre elles.

Indexation d'un cliché : identification des familles de plans

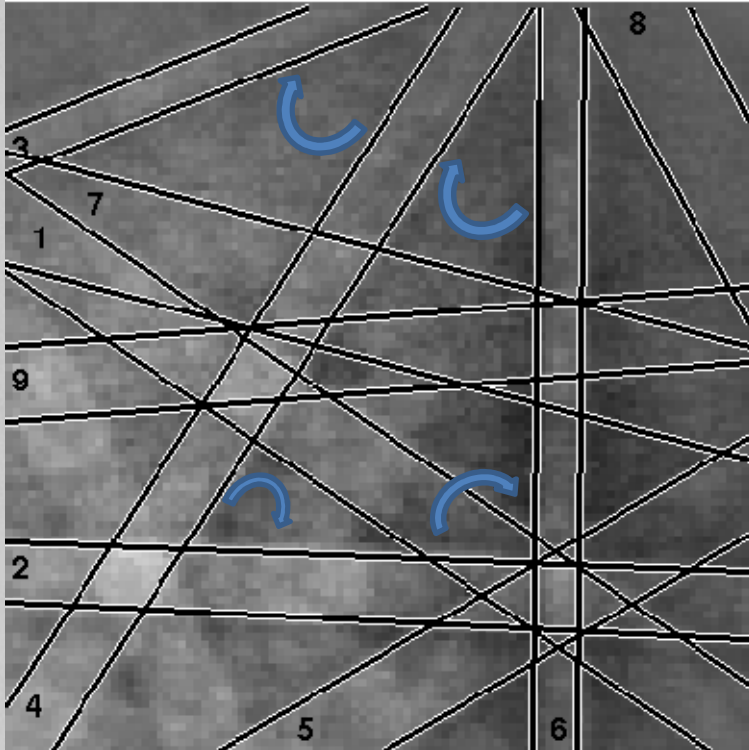


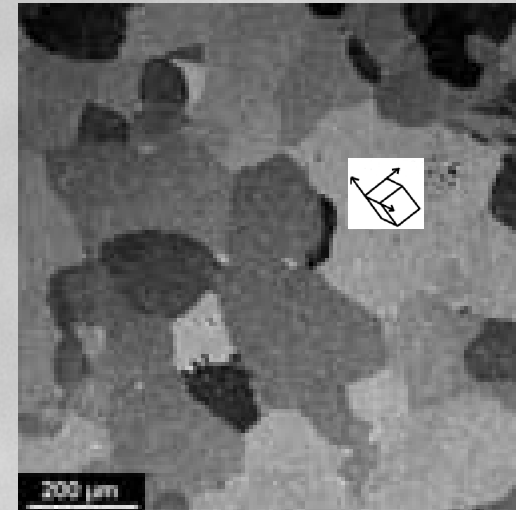
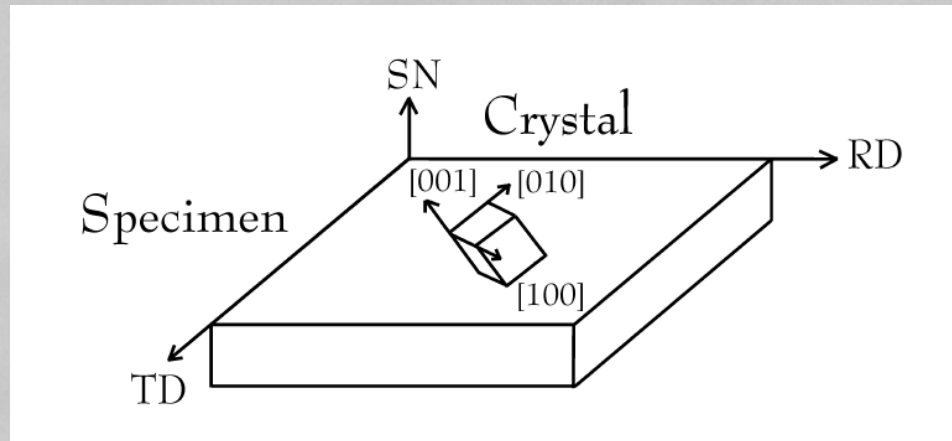
Table I. Interplanar Angle Look-Up Table (cFe)

Angle	$(hkl)_1$	$(hkl)_2$
25.24	200	311
29.50	111	311
31.48	220	311
35.10	311	$31\bar{1}$
35.26	111	220
45.00	200	$2\bar{2}0$
50.48	311	311
54.74	111	200
58.52	111	$31\bar{1}$
60.00	220	202
62.96	311	$13\bar{1}$
64.76	220	$3\bar{1}1$
70.53	111	$11\bar{1}$
72.45	200	$13\bar{1}$
79.98	111	311
84.78	311	$1\bar{3}1$
90.00	111	$2\bar{2}0$
90.00	200	020
90.00	200	022
90.00	220	$1\bar{1}3$
90.00	220	$2\bar{2}0$

Comparaison entre les angles que font les bandes entre elles et les angles entre des familles de plans répertoriés dans une table.

→ Obtention possible d'une orientation

Obtention d'une orientation

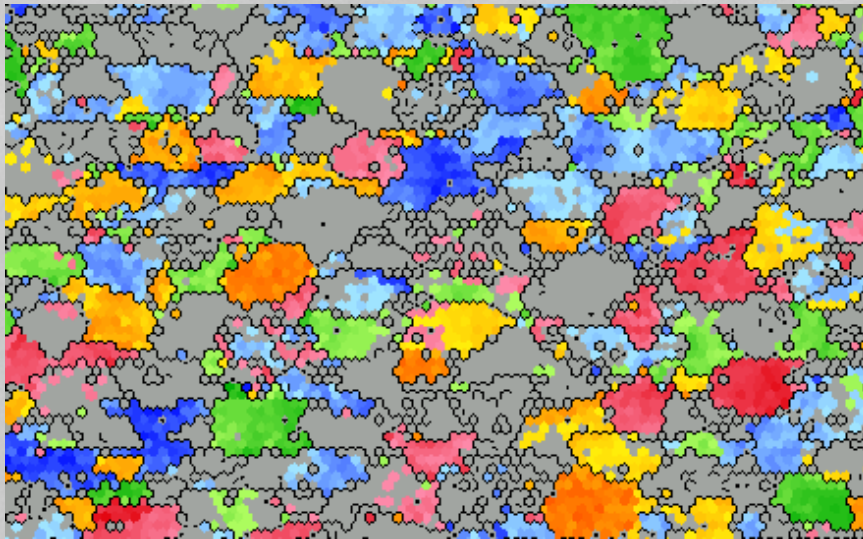


Connaitre, par exemple, l'orientation du cristallite par rapport à l'échantillon ...

Automatisation complète

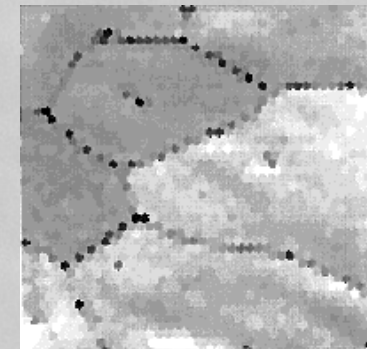
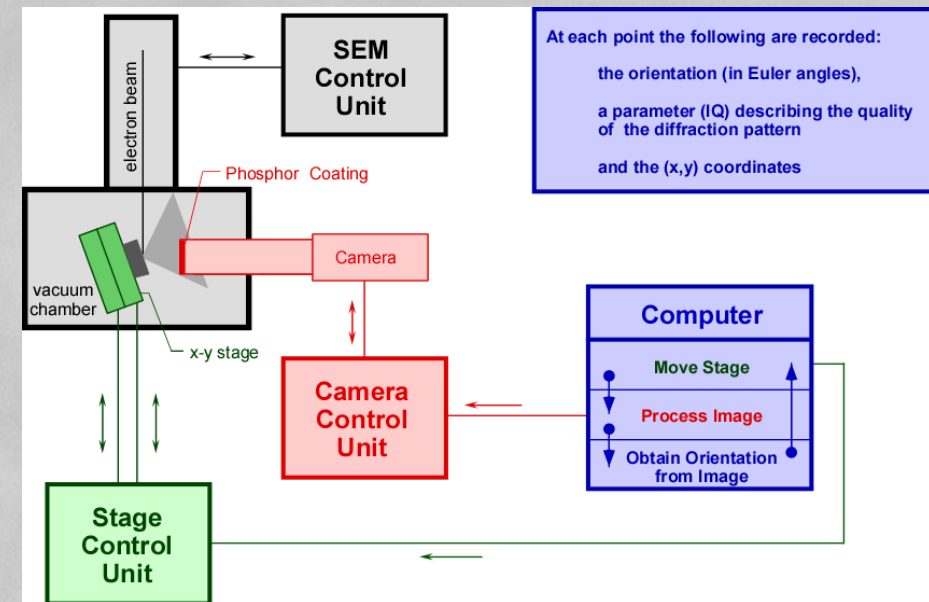
S. I. Wright, PhD Thesis, Yale University, (1992).

Un ordinateur contrôle la caméra et la platine, il travaille avec 4 processeurs en parallèle !



Une des premières cartographies OIM enregistrée (AI compressé à 40%), pas 1 μ m, 3sec/pt, déplacement platine.

K. Kunze, S. I. Wright, B. L. Adams, and D. J. Dingley (1993) "Advances in Automatic EBSP Single Orientation Measurements", *Textures Microstructures*, **20**, 41-54.

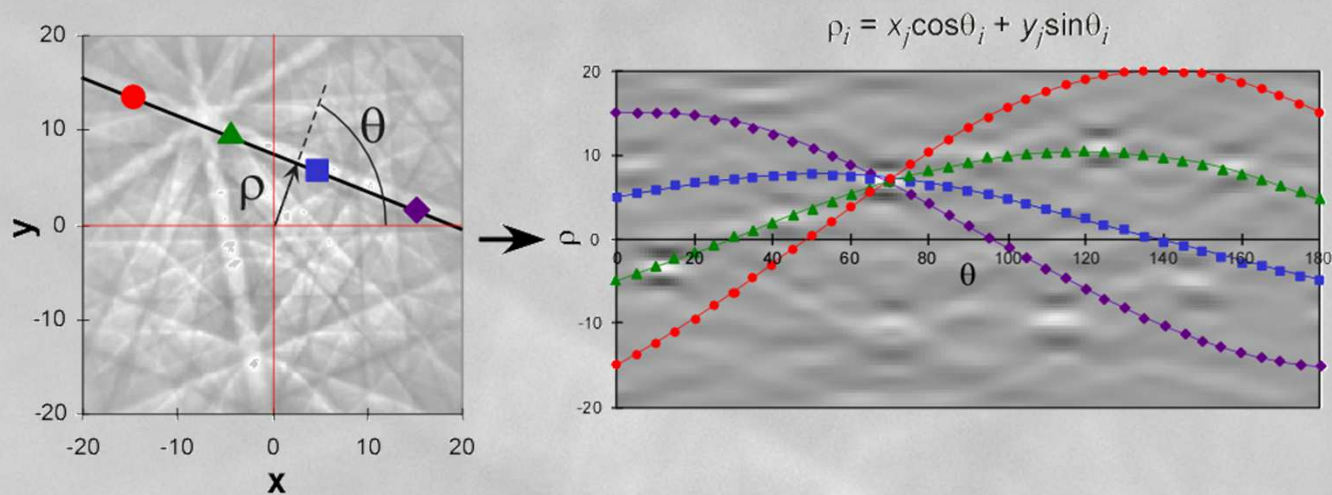


Hough est introduit et testé en comparaison de Burns. Hough permet parfois des calculs plus rapides.

Détection automatique des bandes 2

N. C. Krieger-Lassen, K. Conradsen, and D. Juul-Jensen (1992) "Image Processing Procedures for Analysis of Electron Back Scattering Patterns", *Scanning Microscopy*, **6**, 115-121.

Calcul de la transformée de "Hough"

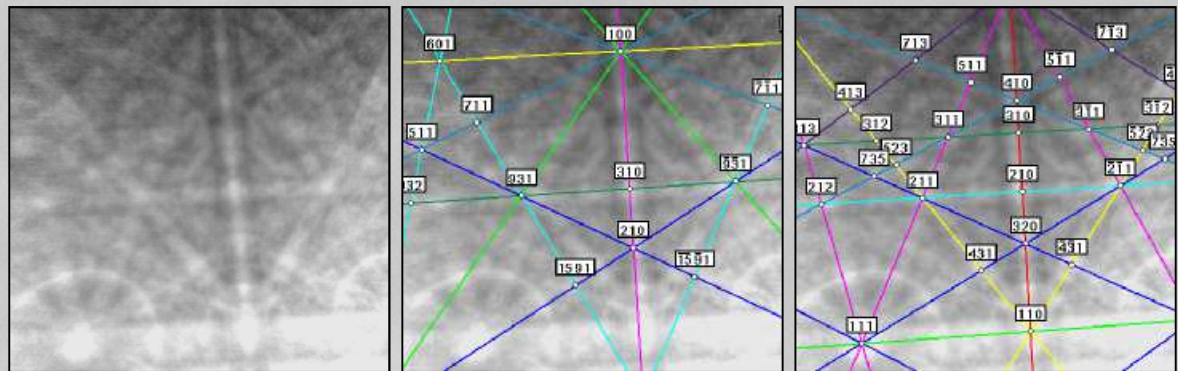


→ Phase Identification

D. J. Dingley and K. Baba-Kishi (1986) "Use of Electron Backscatter Diffraction Patterns for Determination of Crystal Symmetry Elements", *Scanning Electron Microscopy*, **II**, 383-391.

D. J. Dingley, R. Mackenzie and K. Baba-Kishi (1989) Application of Backscatter Kikuchi Diffraction for Phase Identification and Crystal Orientation Measurements in Materials", in *Microbeam Analysis*, ed. P. E. Russell, San Francisco Press, 435-436.

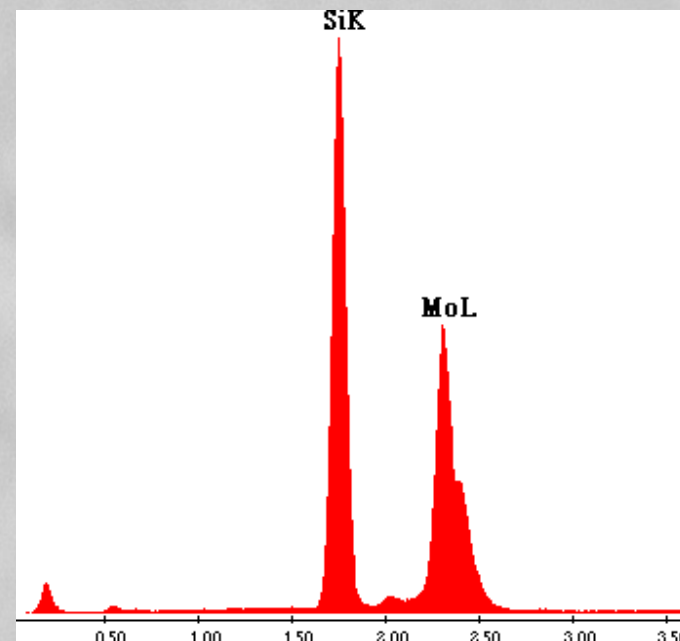
J. R. Michael and R. P. Goehner (1993) "Crystallographic Phase Identification in the Scanning Electron Microscope: Backscattered Electron Kikuchi Patterns Imaged with a CCD-Based Detector", *MSA Bulletin*, **23**, 168-175.



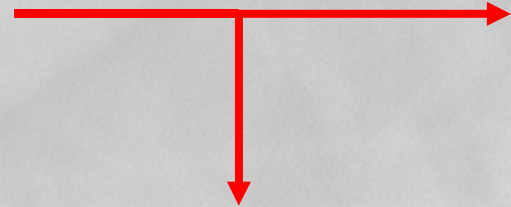
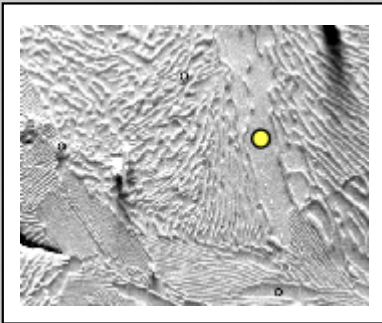
Mo-Si Pattern

Indexed as MoSi_2

Indexed as Mo_5Si_3

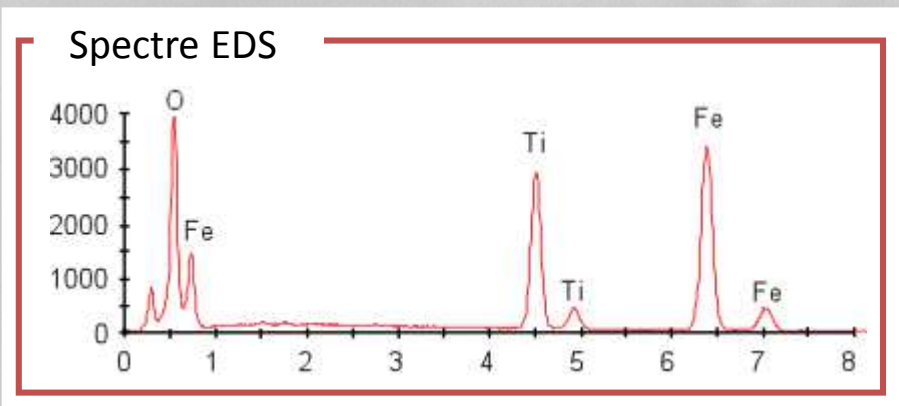


Identification de phases



EBSD

Fe_2TiO_4



Phases possibles

Fe_2TiO_4	Cubic	$a=11.297$
Fe-Ti-O	Cubic	$a=11.31$
$\text{Fe}_4(\text{TiO}_4)_3$	Tetragonal	$a=9.3, c=9.5$
FeTiO_3	Trigonal	$a=5.0884, c=14.093$
Fe_2TiO_4	Cubic	$a=8.5352$
$\text{Fe}_3\text{Ti}_3\text{O}_{10}$	Orthorhombic	$a=7.789, b=10.008, c=3.74162$
FeTiO_3	Orthorhombic	$a=5.026, b=5.174, c=7.245$
$\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$	Hexagonal	$a=2.8667, b=4.5985$



Analyse multiphases

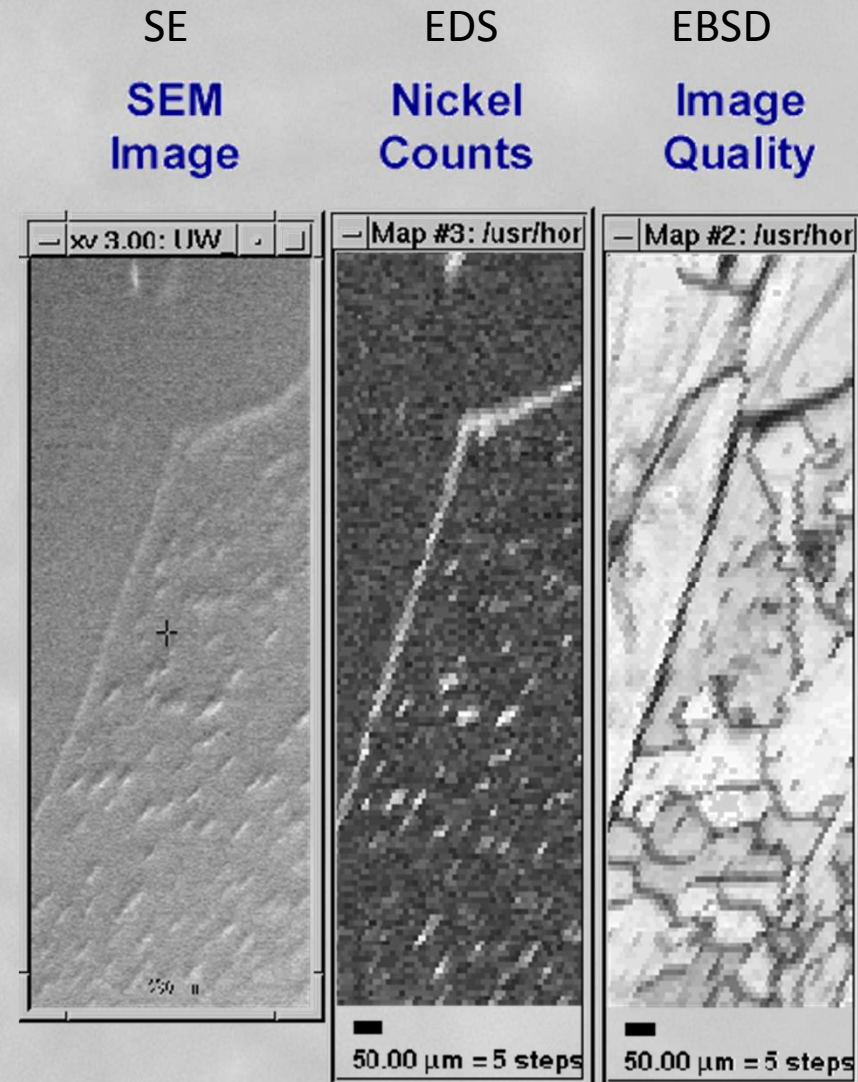
D.P. Field, S.I. Wright, D.J. Dingley (1996), "Multiphase texture analysis by orientation imaging microscopy", 11th Int. Conf. on Textures of Materials, Xian, China.



Une des premières cartographies OIM multiphasées (grains d'austénite en bande entre des grains de ferrite), pas 0.5 micron.

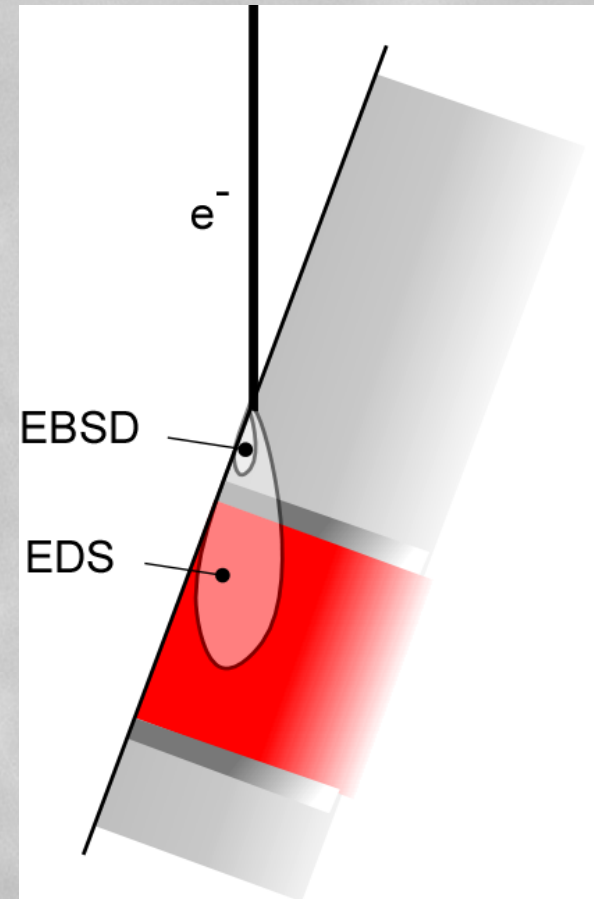
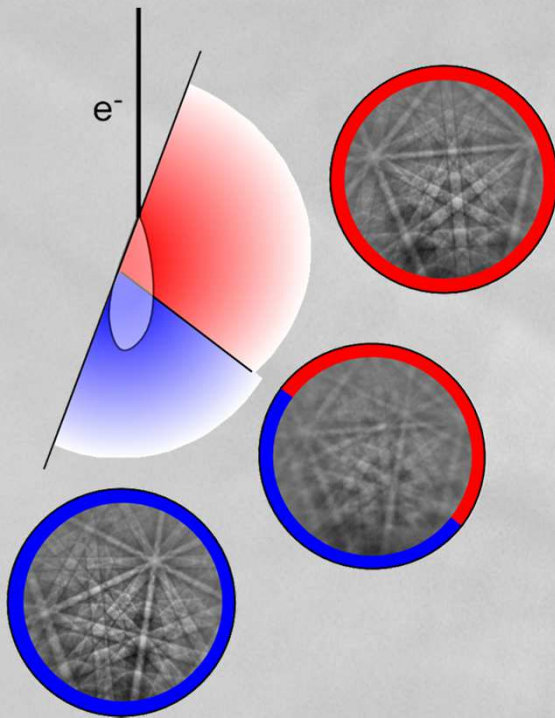
EDS et EBSD en simultané

S. I. Wright (1997), presented at Microscopy and Microanalysis, Cleveland, Ohio.

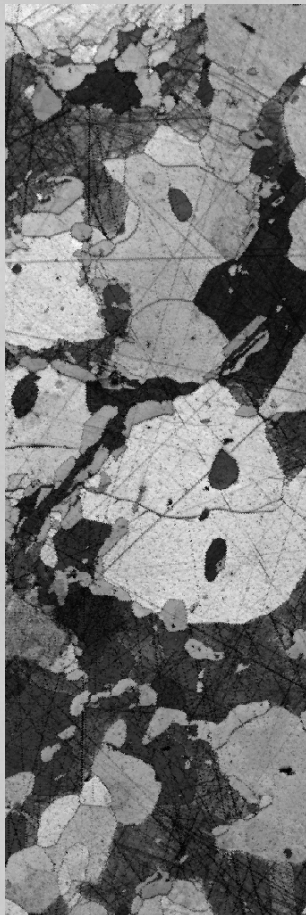


EDS et EBSD en simultané

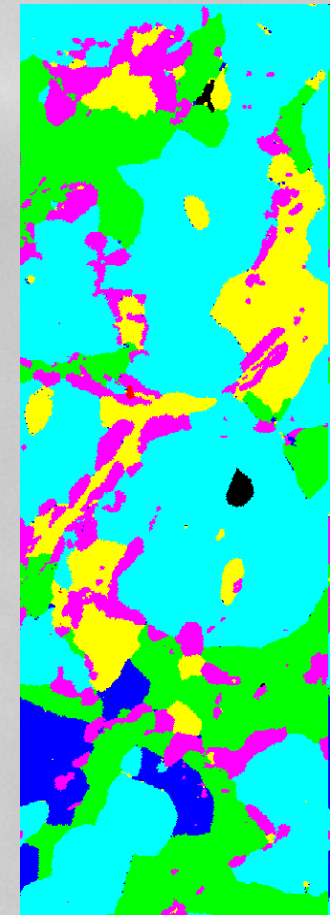
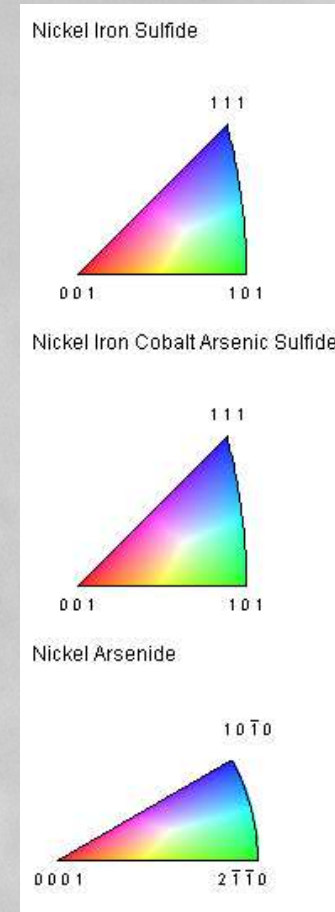
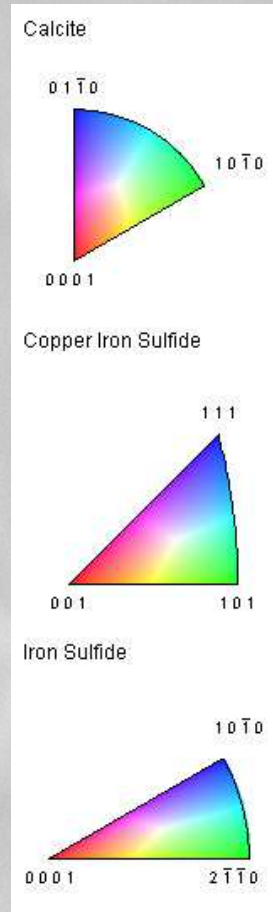
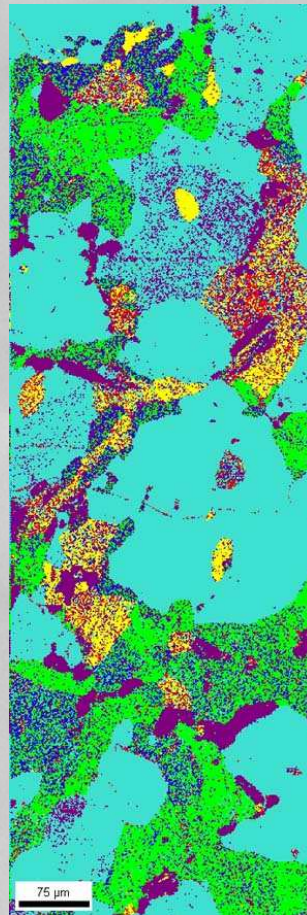
Les volumes d'interaction



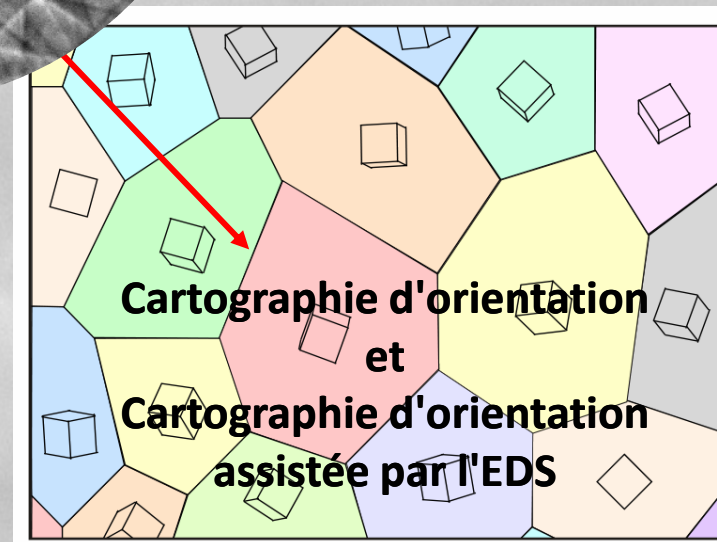
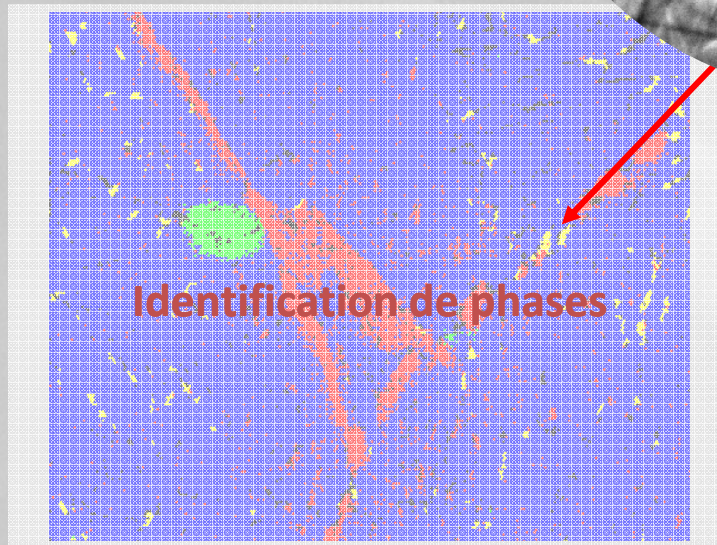
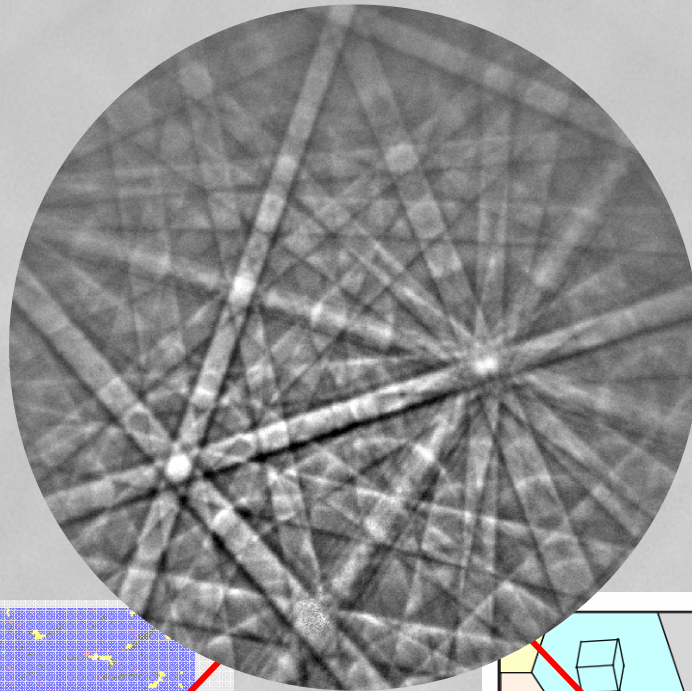
EDS et EBSD en simultané



Pas 1 μm



EBSD – "deux" types d'application



Un exemple d'évolution de caméras

- 10^6 clichés

CCD analogique, indexation on-line

1990 : 10 sec/pattern semi-automatique

1995 : 3 sec/pattern automatique

1999 : 3 patterns/sec

2000 : 10 patterns/sec

2001 : 20 patterns/sec

35 jours

4 jours

CCD numérique, indexation on-line

2002 : 40 patterns/sec caméra numérique

7 heures

CCD numérique, indexation off-line

2007 : 750 patterns/sec

22 min.

2009 : 1000 patterns/sec

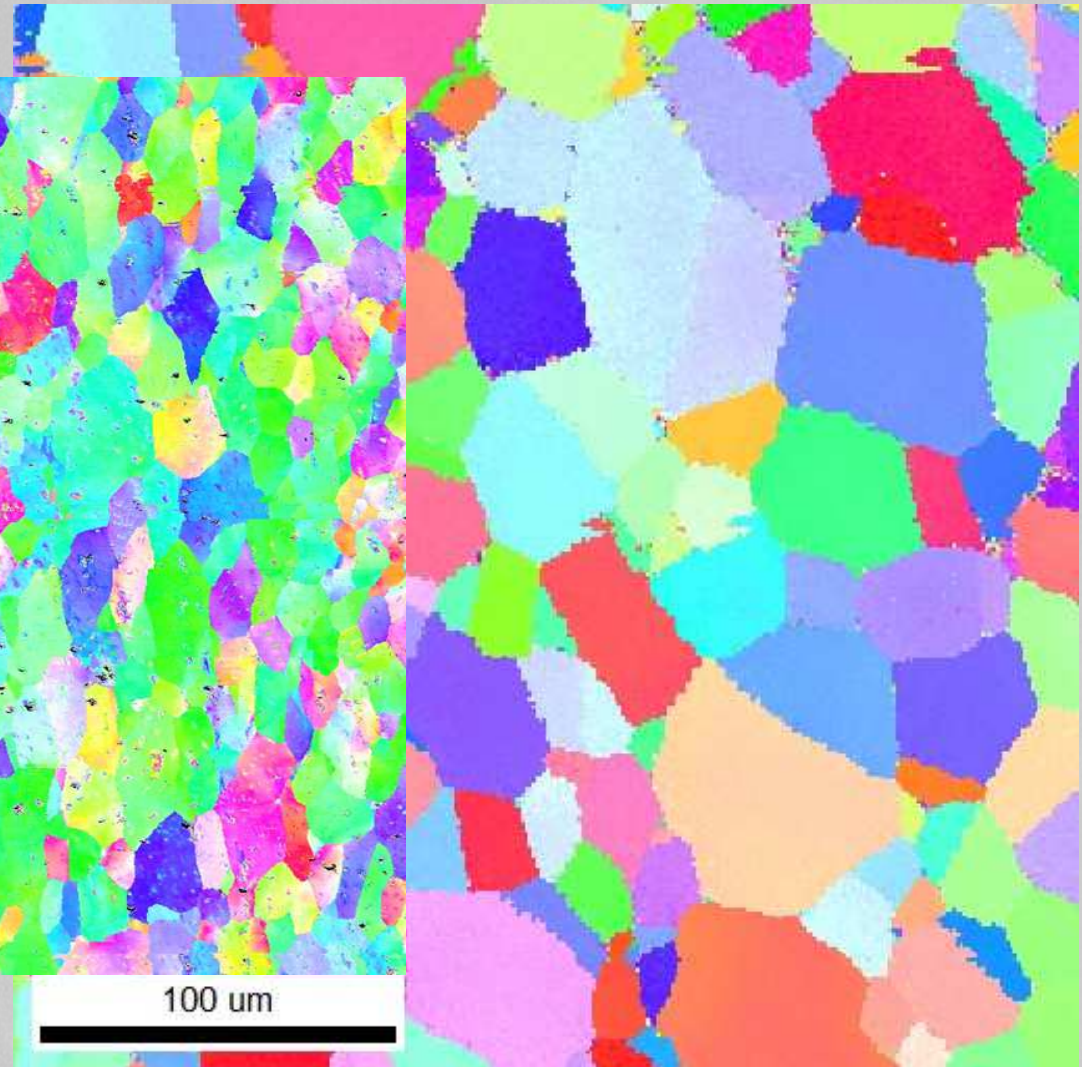
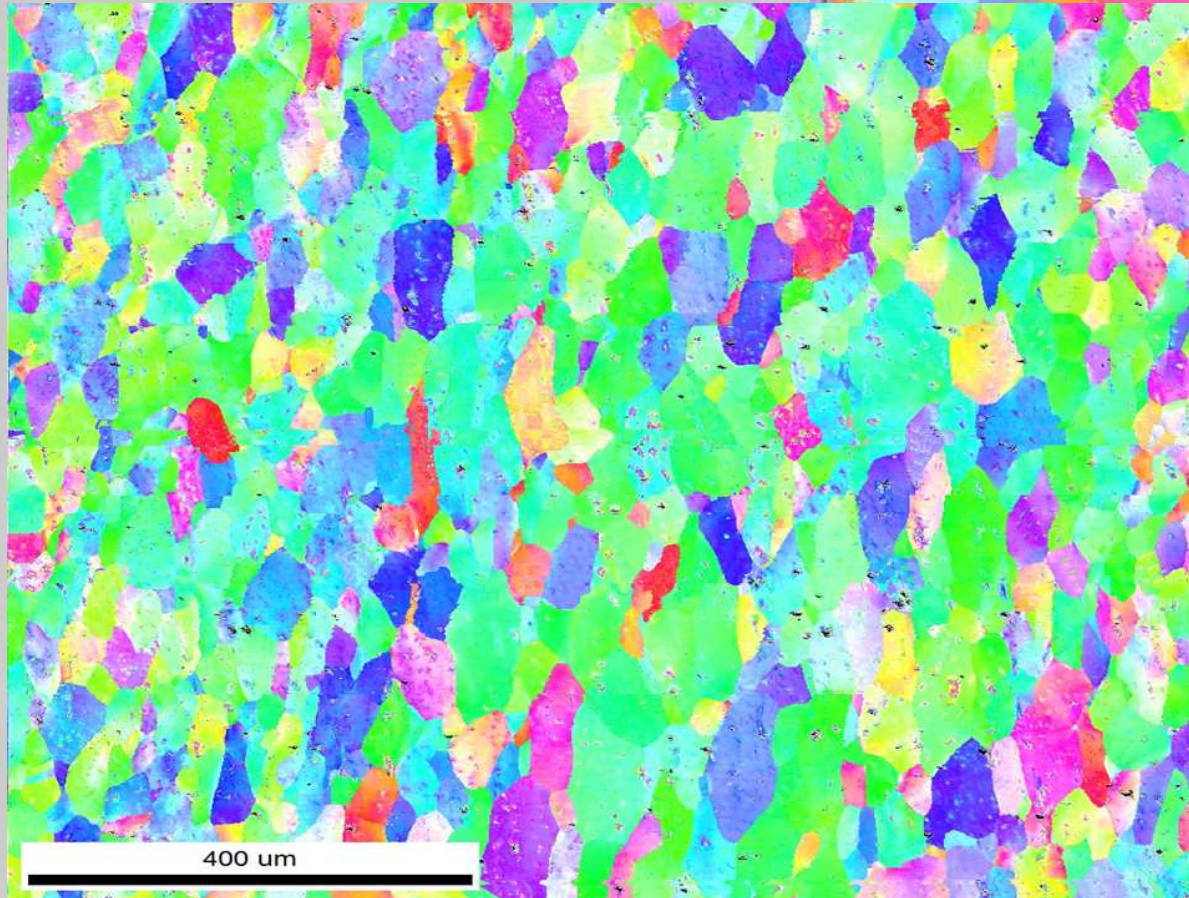
2011 : 1170 patterns/sec

14 min.

Un exemple d'évolution de caméras

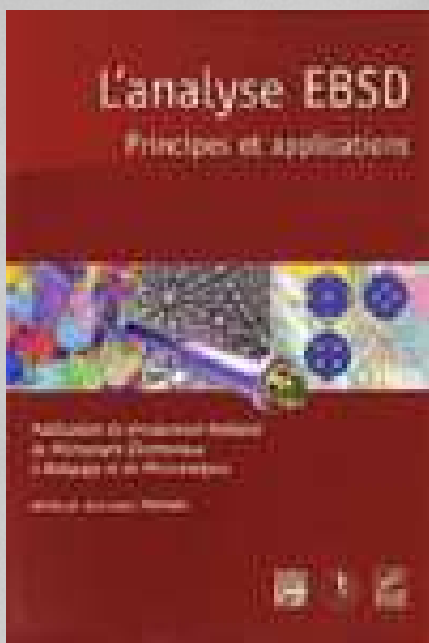
Ta déformé 20%

Ni



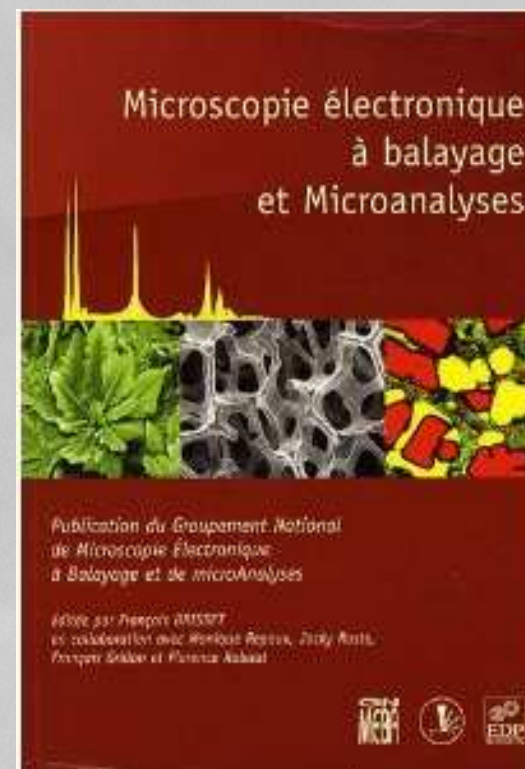
90000 pts, ~75 sec.

En guise de fin là où l'on parle d'EBSD



Edition
GN-MEBA
chez
EDPsciences

Merci
pour votre attention



- Provides a fundamental basis for electron backscatter diffraction
- Includes coverage of the crystallography required for application and discussion of the state of hardware and software available today

