

Notions de cristallographie pour l'EBSD.

Aspect texture et comparaison entre EBSD, DRX et neutrons

Denis SOLAS

Denis.solas@u-psud.fr

ICMMO – LPCES – Université Paris Sud – Orsay

Rappels de cristallographie

Détermination des textures RX – Neutron - EBSD

Influence de la tailles des cristallites

Exemples : cas d'un échantillon à gros grains

Texture d'un échantillon de titane

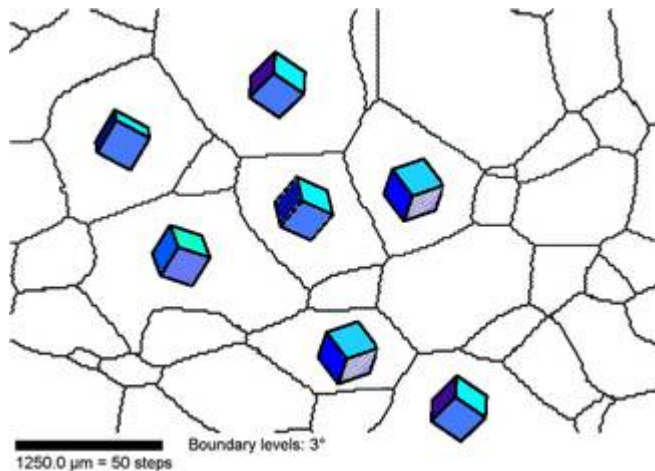
Cinétique de recristallisation d'un alliage Fe-Ni

Notions de cristallographie pour l'EBSD.

Aspect texture et comparaison entre EBSD, DRX et neutrons

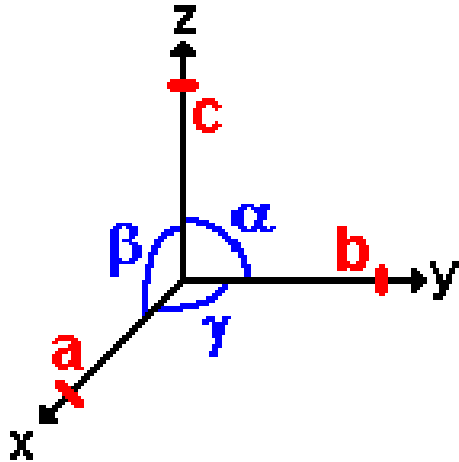
Introduction : déterminer la texture cristallographique (distribution d'orientation des grains) d'un matériau polycristallin.

Texture Cristallographique



→ Anisotropie des propriétés

Rappels de cristallographie



Direction $[u\ v\ w]$ = direction passant par l'origine et le point de coordonnées U, V, W .

$$\text{Direction } [u\ v\ w] = u\mathbf{a} + v\mathbf{b} + w\mathbf{c}$$

Directions équivalentes $\langle u\ v\ w \rangle$

Dans le système cubique,
La famille de directions $\langle 110 \rangle$
Comprend les directions
 $[110], [-110], [101], [10\bar{1}], [011], [01\bar{1}]$

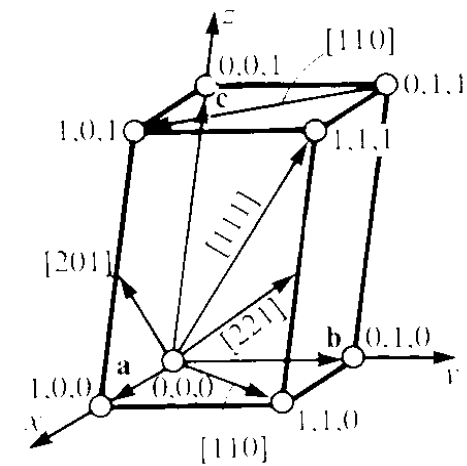
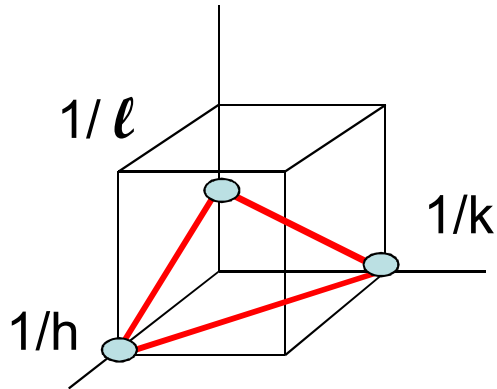


Figure 3.11 Coordonnées des nœuds de la maille et indices de quelques directions

Rappels de cristallographie



Plan (hkl) = plan qui coupe les axes principaux du repère en $1/h$, $1/k$ et $1/l$

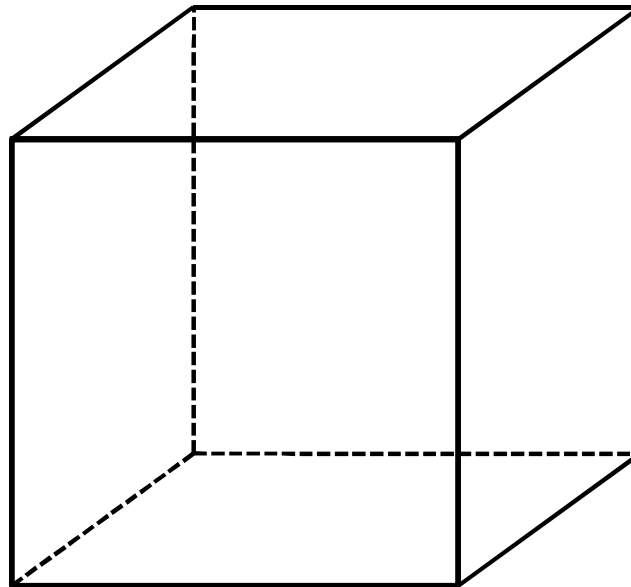
Plans équivalents $\{hkl\}$

Dans le système cubique

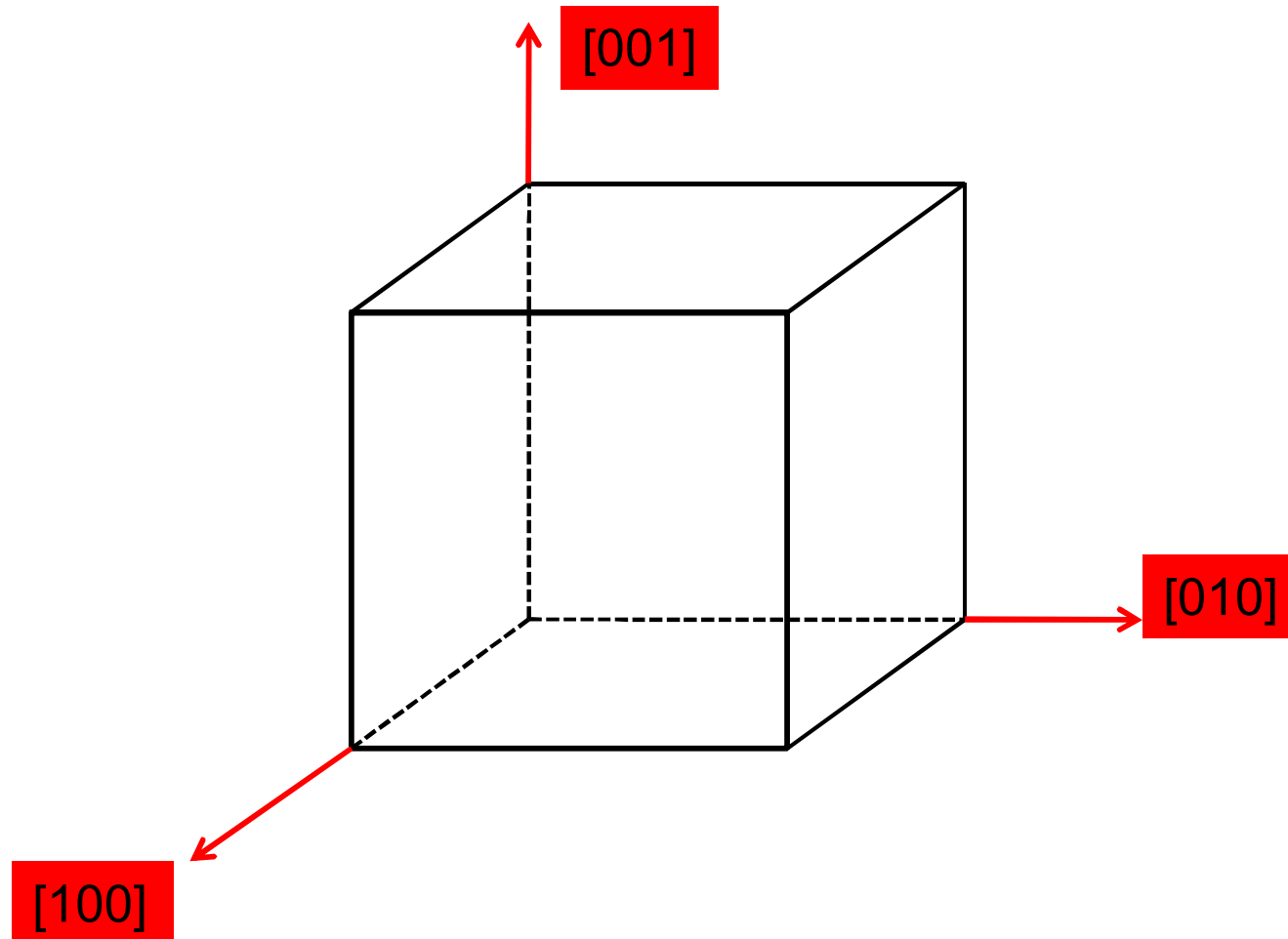
La famille de plans $\{100\}$

Comprend les plans (100) , (010) et (001)

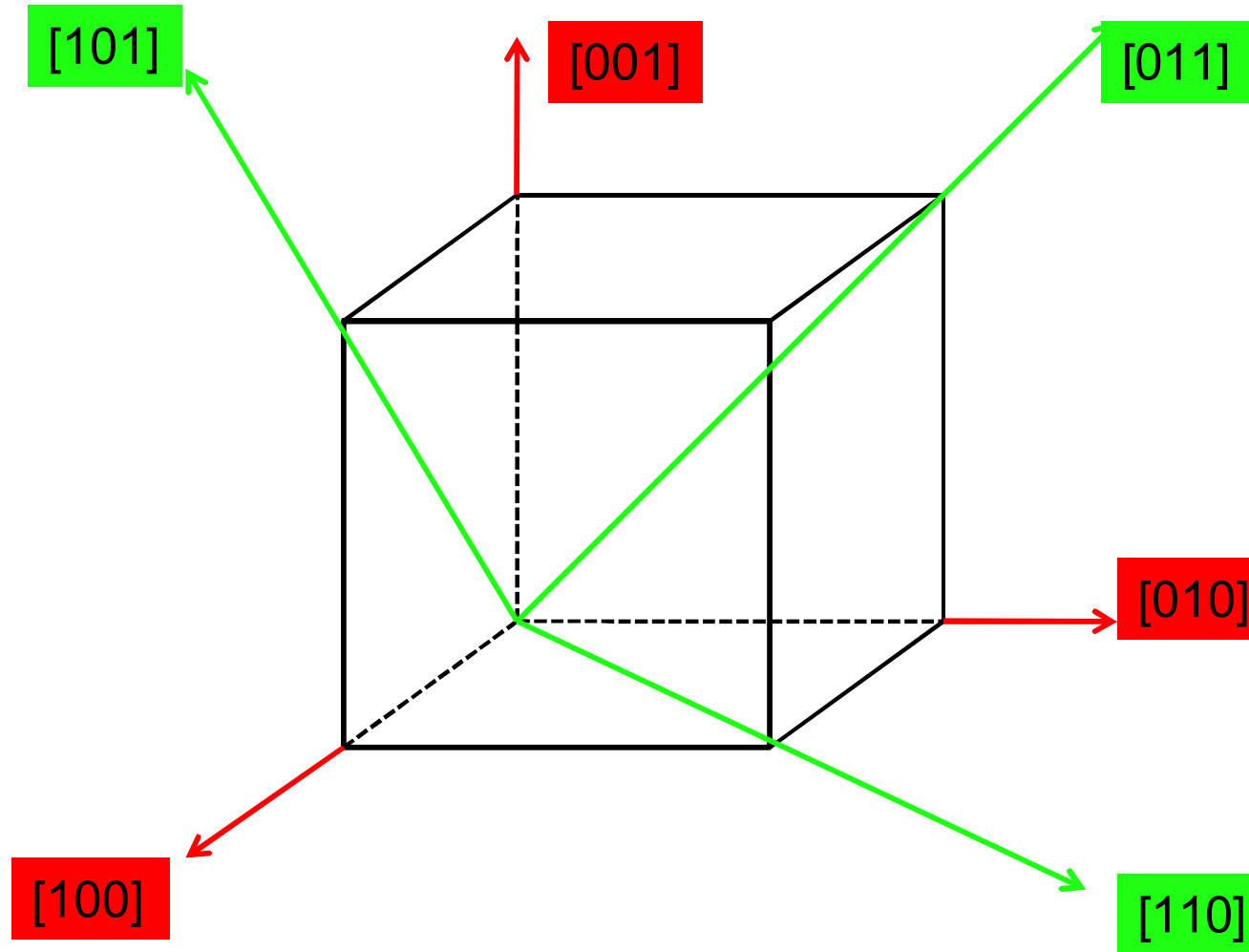
Directions principales : structure cubique



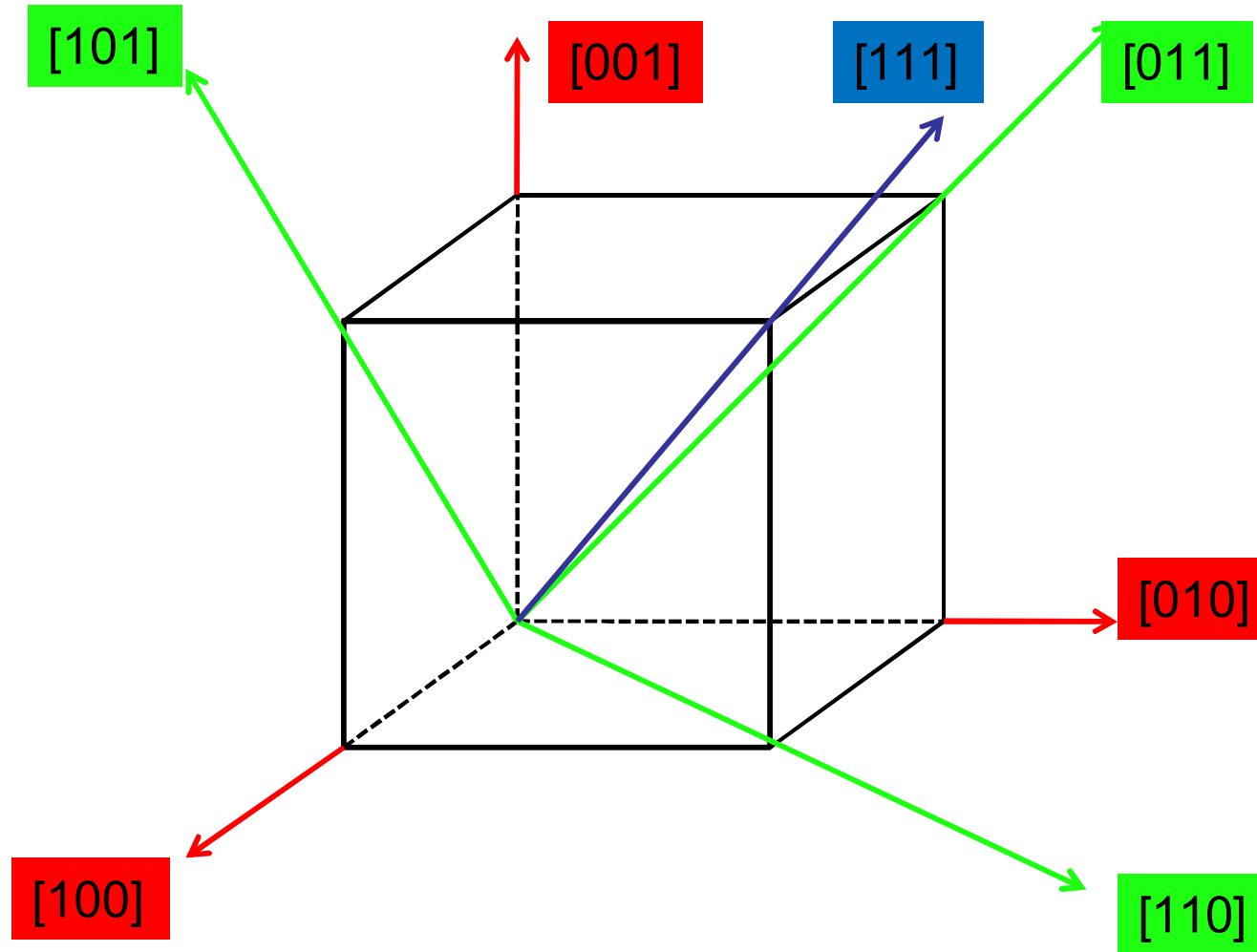
Directions principales : structure cubique



Directions principales : structure cubique



Directions principales : structure cubique



Représentation d'une orientation cristallographique

Orientation d'un cristal dans le repère macroscopique (échantillon)

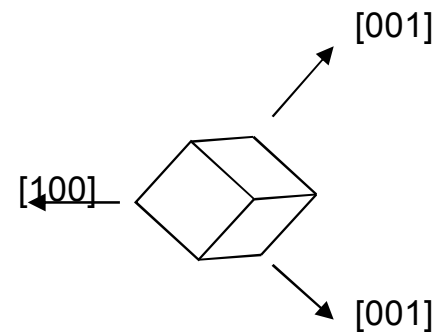
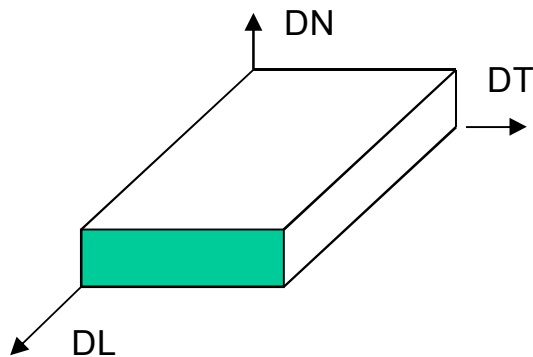
Soient $\mathbf{s}_1, \mathbf{s}_2, \mathbf{s}_3$ les vecteurs de base du référentiel échantillon

exemple : $\mathbf{s}_1 // \text{DL}$, $\mathbf{s}_2 // \text{DT}$ et $\mathbf{s}_3 // \text{DN}$

DL = Direction de laminage, DT = Direction transverse, DN = Direction Normal

Soient $\mathbf{c}_1, \mathbf{c}_2, \mathbf{c}_3$ les vecteurs de base du cristal

avec $\mathbf{c}_1 // [100]$, $\mathbf{c}_2 // [010]$ et $\mathbf{c}_3 // [001]$.



Représentation d'une orientation cristallographique

Figures de poles directes Projection stéréographique

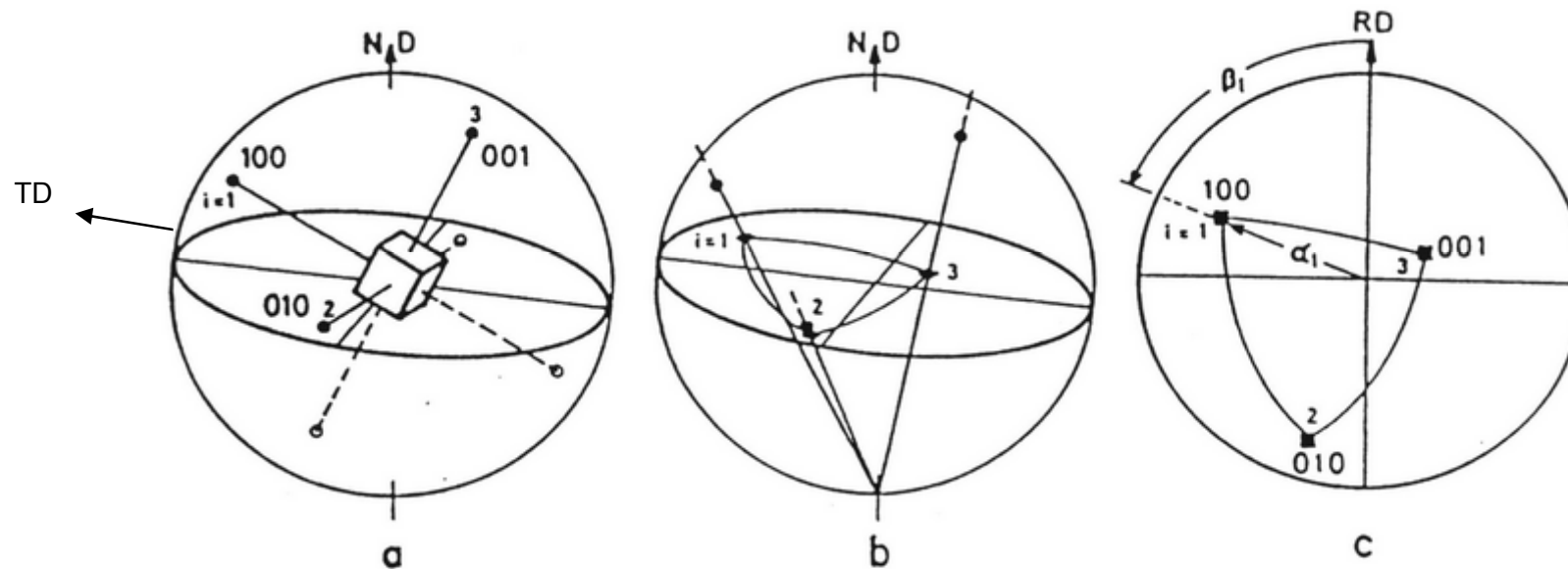
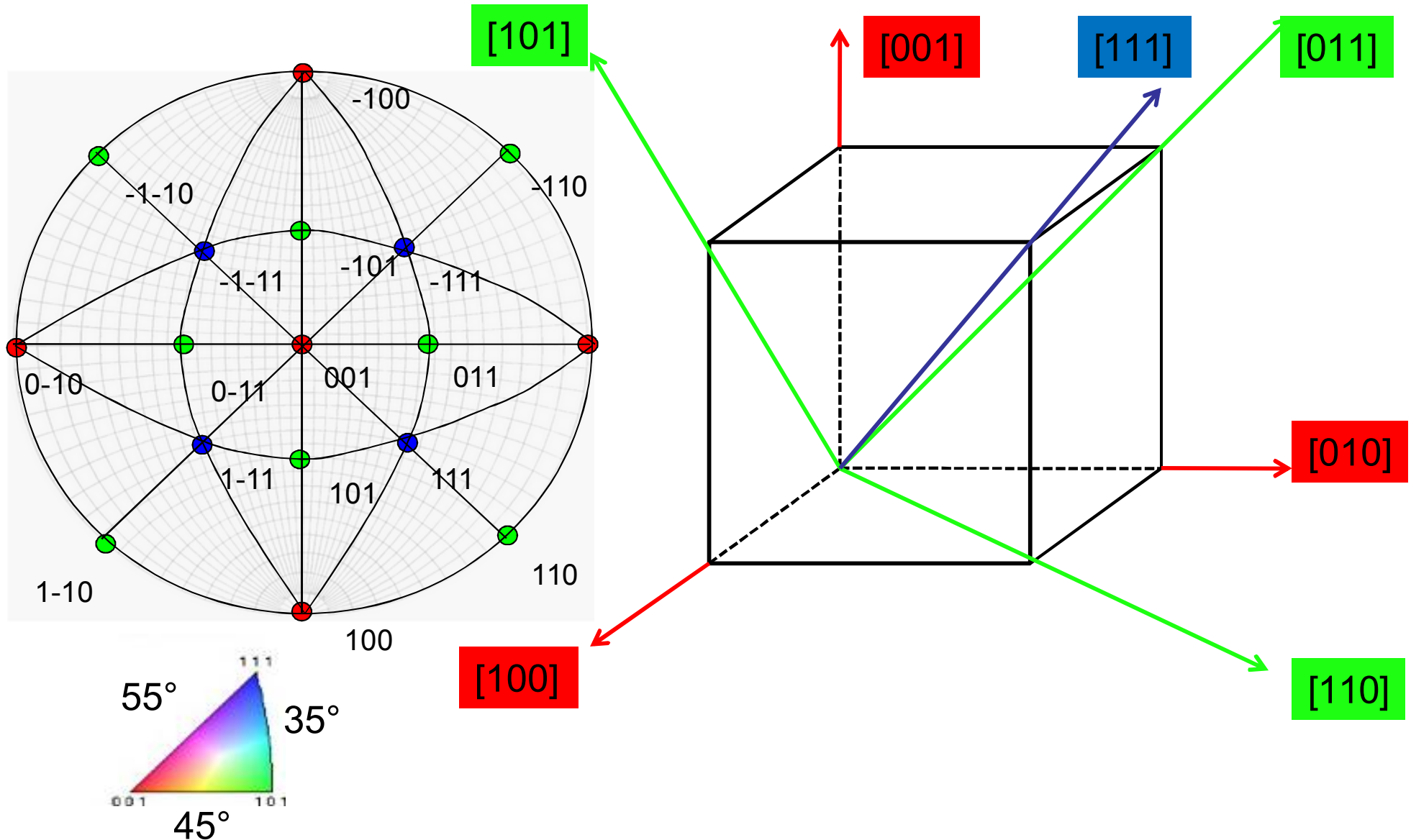


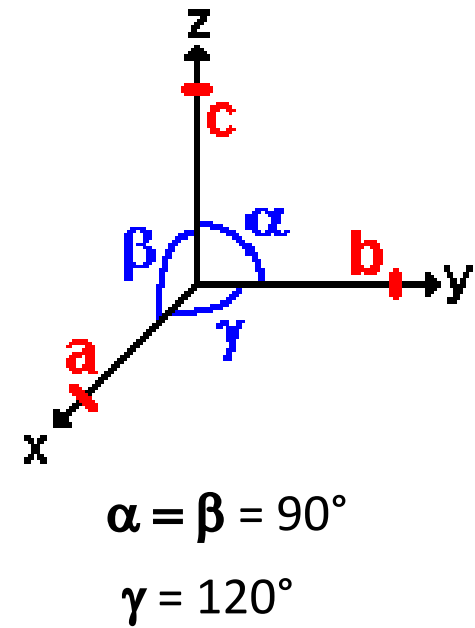
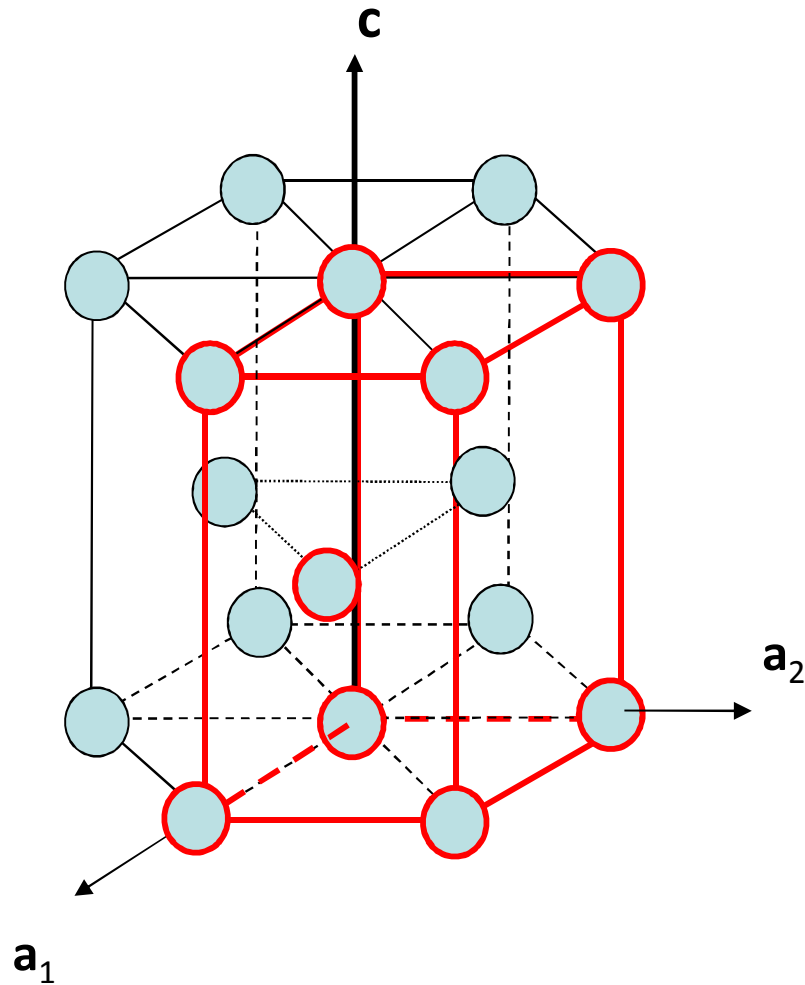
Fig. 5:
Presentation of a $\{100\}$ -pole figure. a) Position of a crystal in the center of the orientation sphere; b) Projection of the cube half axes on the equatorial plane, c) $\{100\}$ -pole figure and definition of the spherical coordinates α_i , β_i of the pole i .

Représentation d'une orientation cristallographique

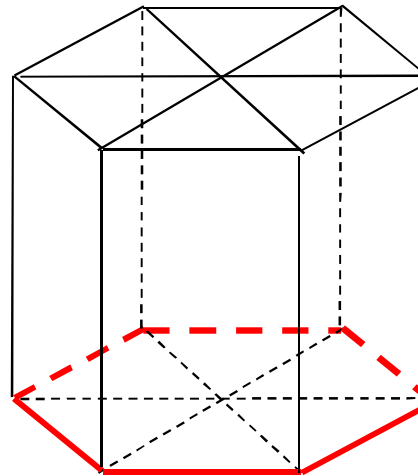
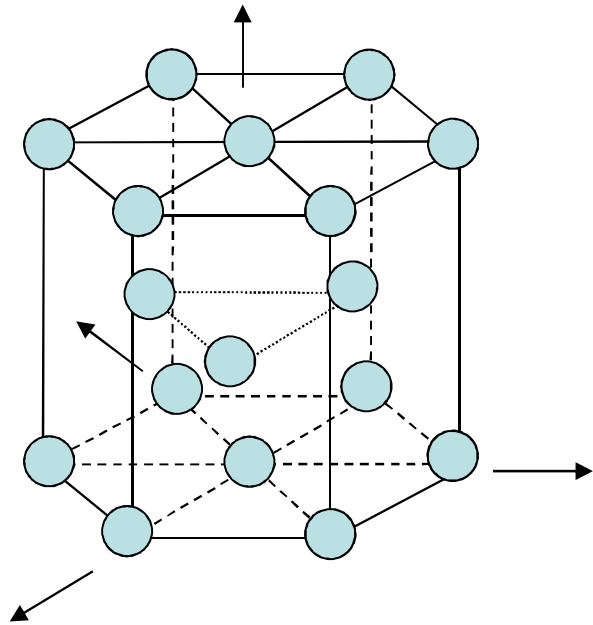


Rappels de cristallographie

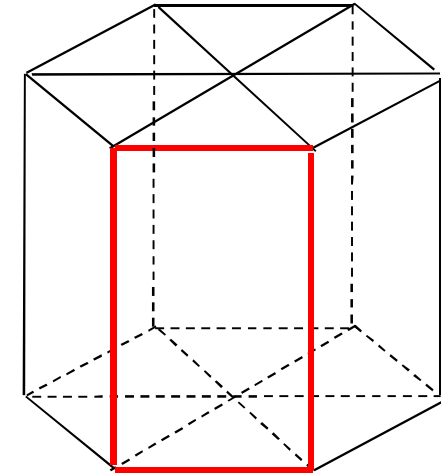
Maille conventionnelle de la structure hexagonale



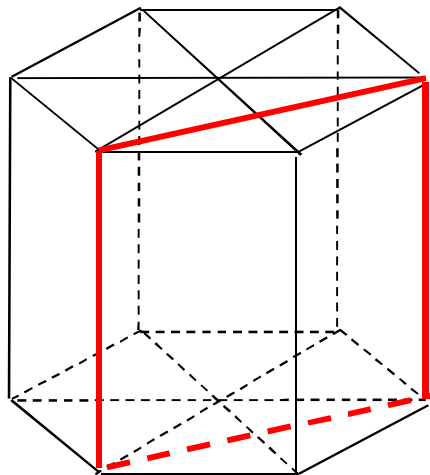
Rappels de cristallographie



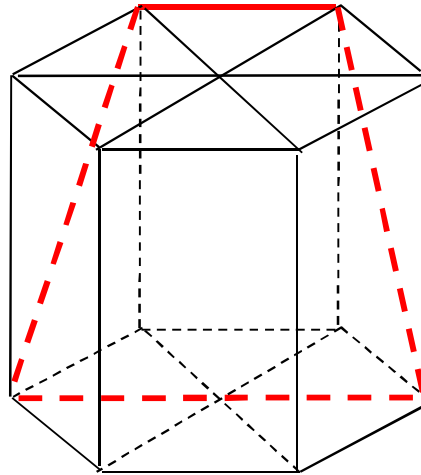
Plan de base



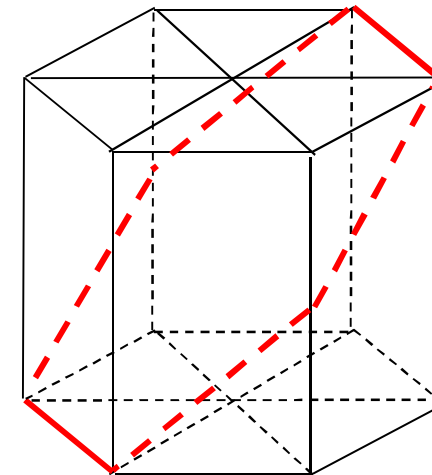
Plan prismatique 1



Plan prismatique 2



Plan pyramidal 1

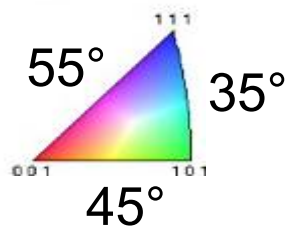
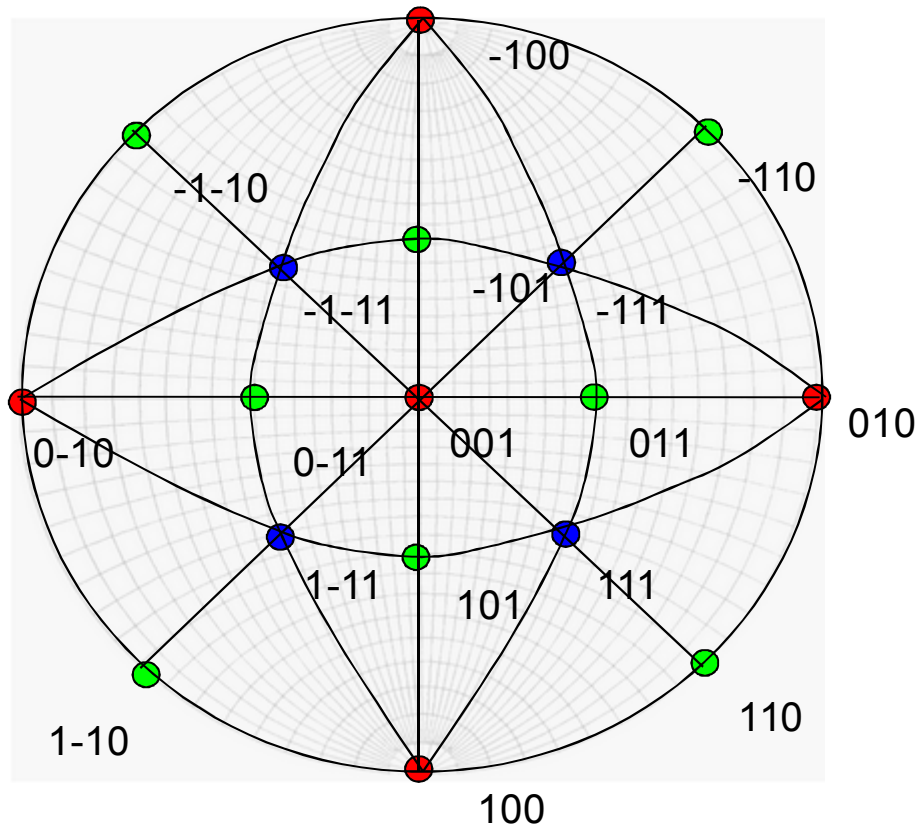


Plan pyramidal 2

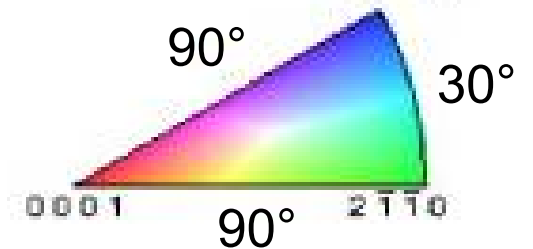
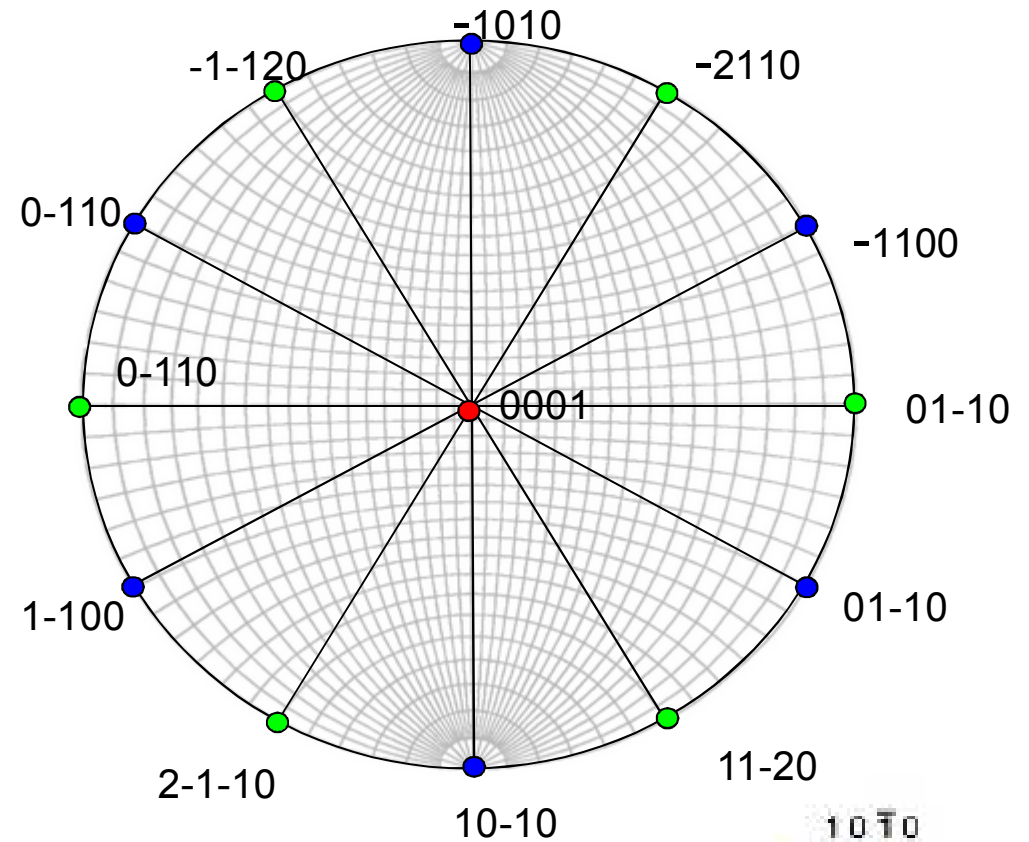
Représentation d'une orientation cristallographique

Projection standard

Système cubique

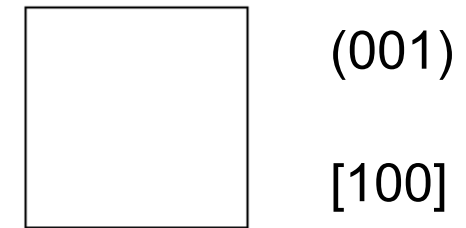
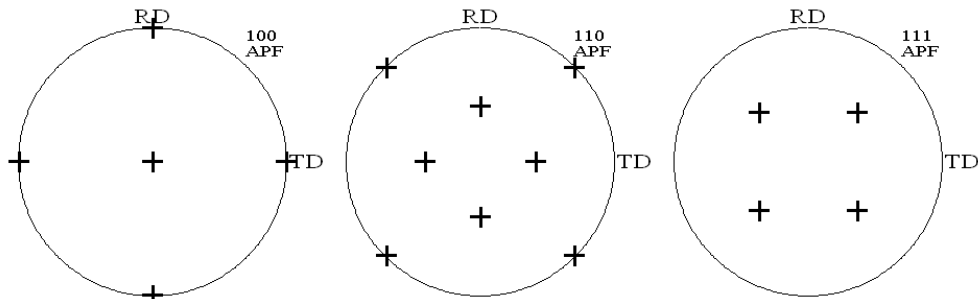


Système hexagonal

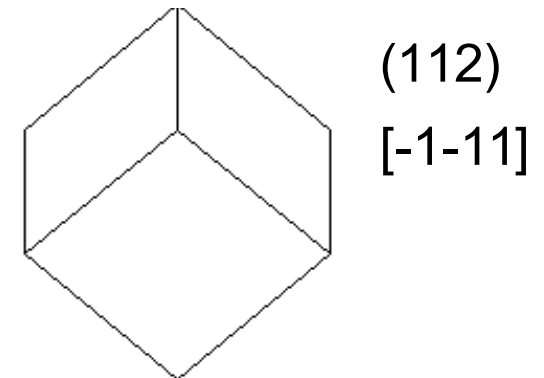
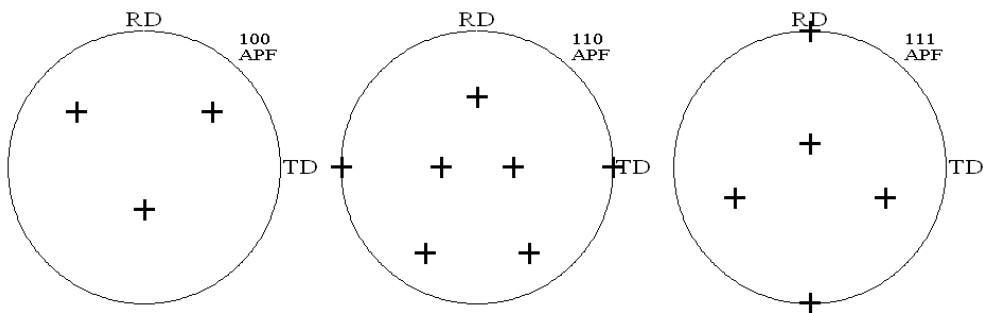


Représentation d'une orientation cristallographique

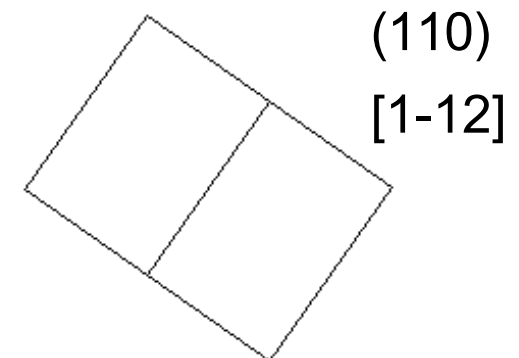
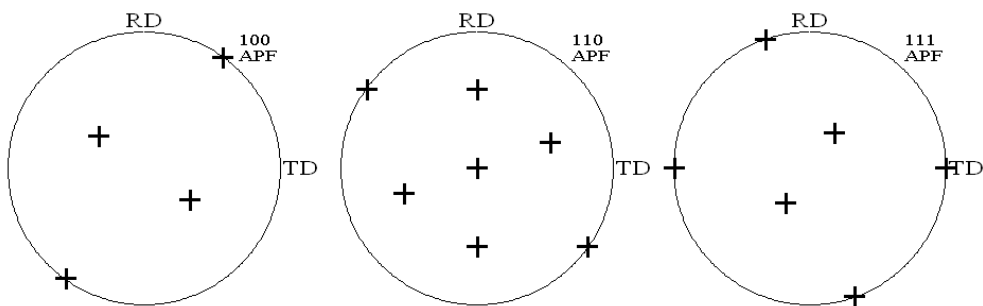
Orientation Cube $\{001\}\langle 100\rangle$



Orientation Cuivre $\{112\}\langle 111\rangle$

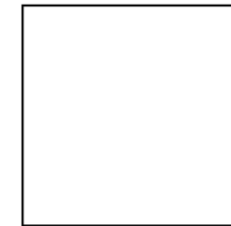
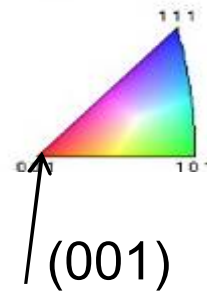
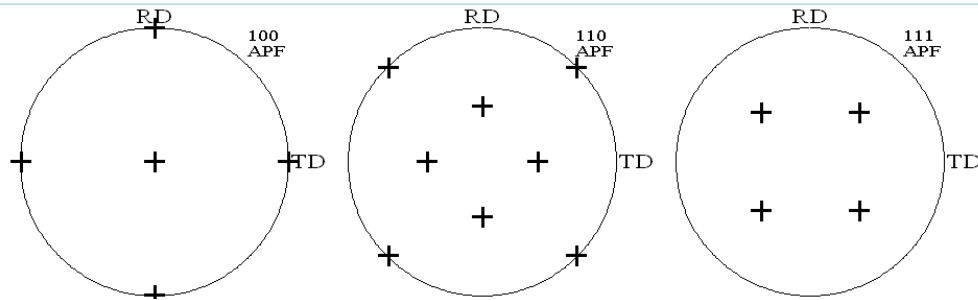


Orientation Laiton $\{110\}\langle 112\rangle$

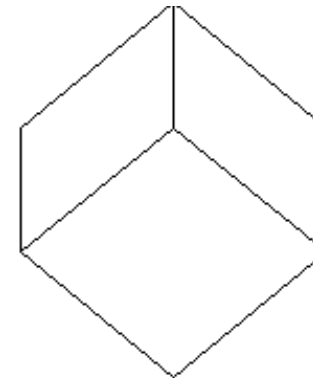
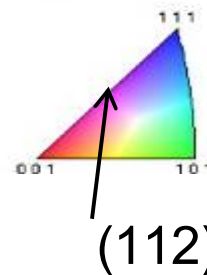
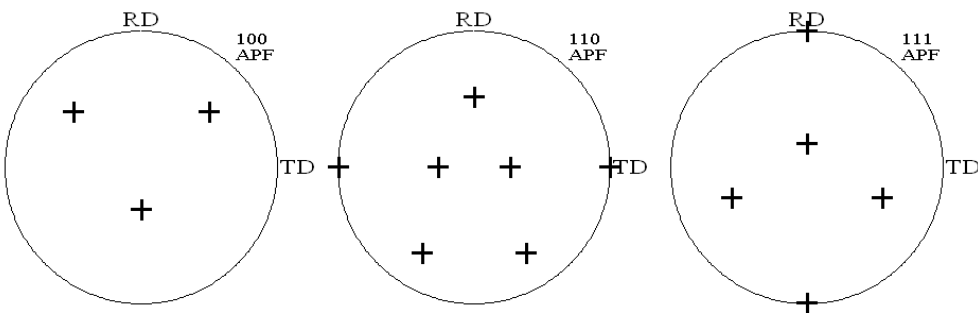


Représentation d'une orientation cristallographique

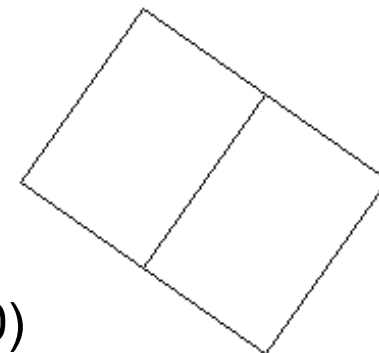
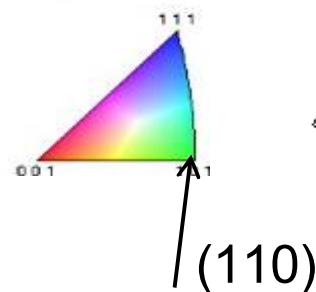
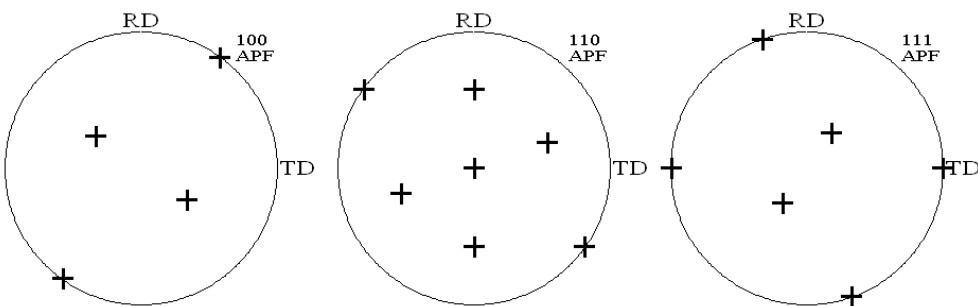
Orientation Cube $\{001\}\langle 100\rangle$



Orientation Cuivre $\{112\}\langle 111\rangle$

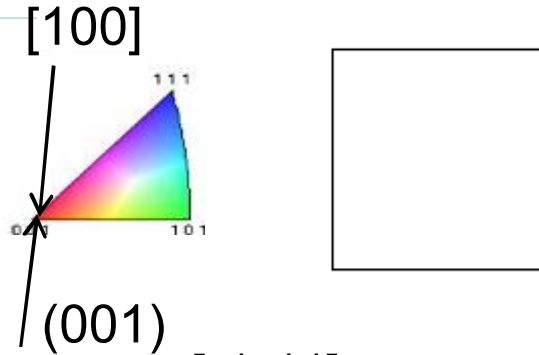
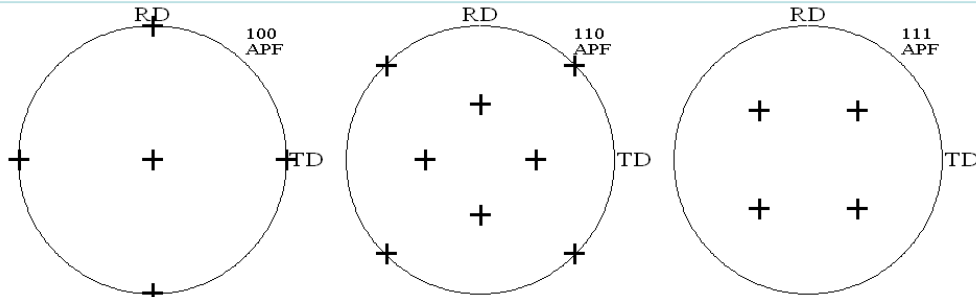


Orientation Laiton $\{110\}\langle 112\rangle$

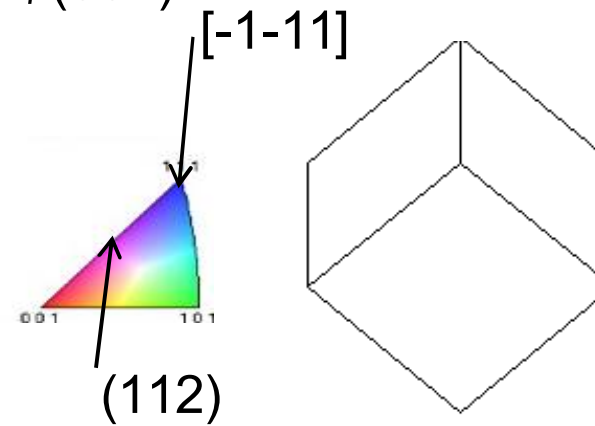
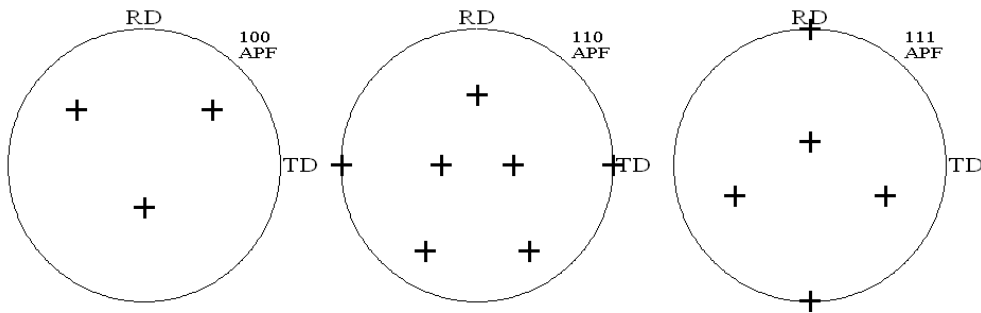


Représentation d'une orientation cristallographique

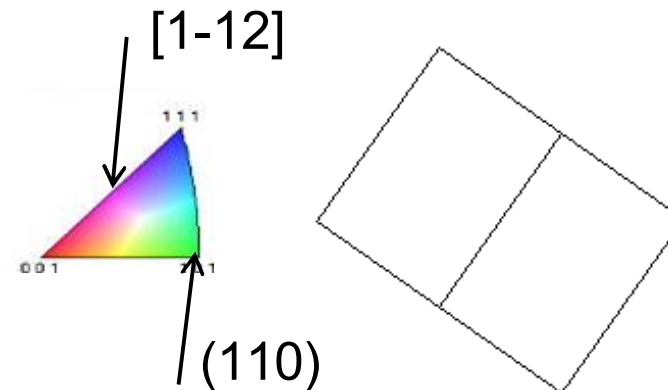
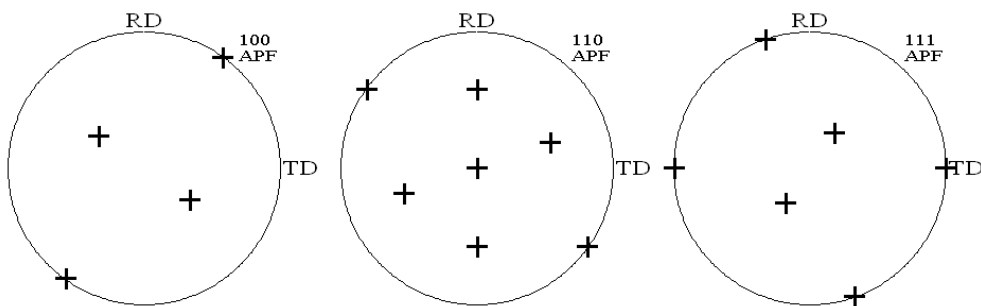
Orientation Cube $\{001\}\langle 100\rangle$



Orientation Cuivre $\{112\}\langle 111\rangle$



Orientation Laiton $\{110\}\langle 112\rangle$

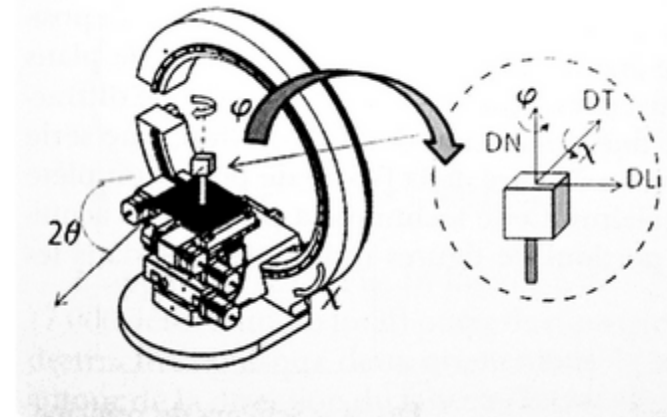
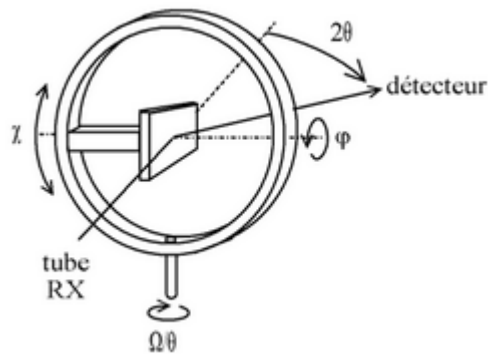


Détermination des textures : RX – Neutrons - EBSD

Diffraction des rayons X ou des neutrons = Macrotexture

χ $0^\circ - 70^\circ / 5^\circ$
 φ $0^\circ - 355^\circ / 5^\circ$

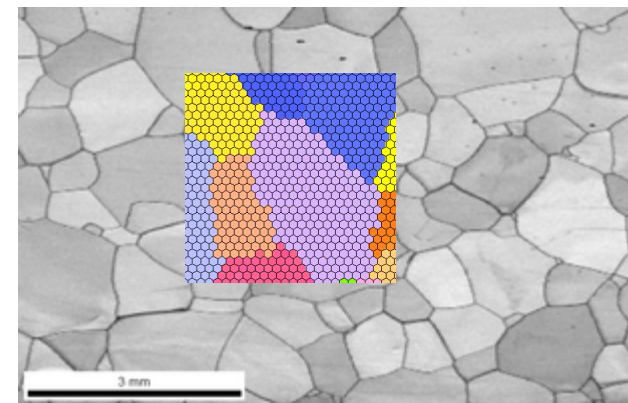
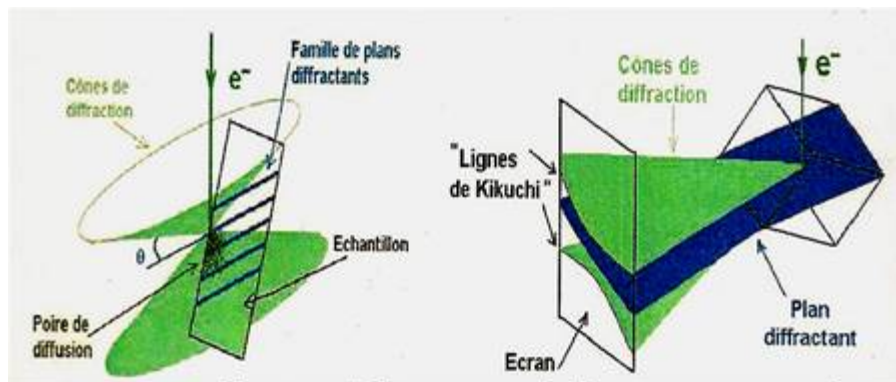
(15 x 72 = 1080)



χ $0^\circ - 90^\circ / 5^\circ$
 φ $0^\circ - 355^\circ / 5^\circ$

(19 x 72 = 1368)

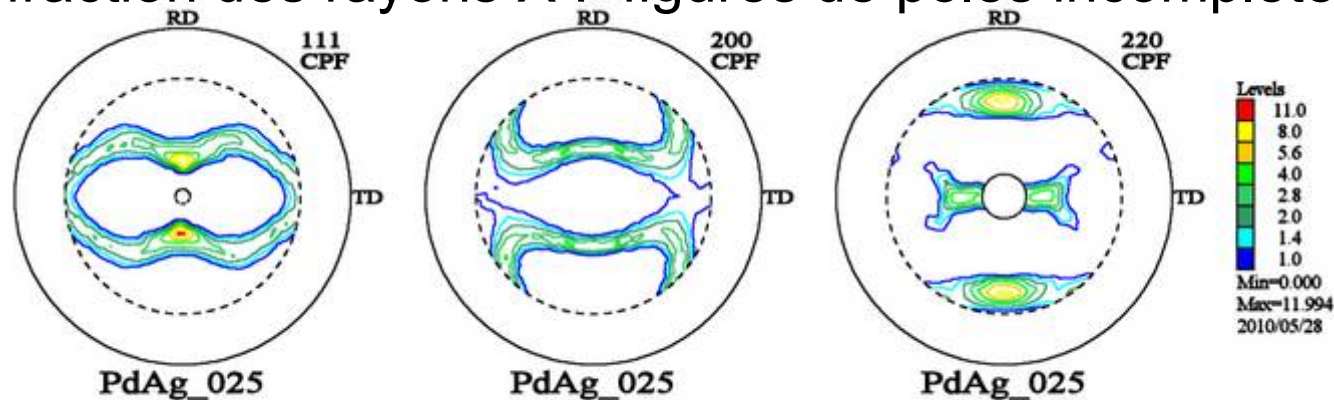
EBSD – MEB= Microtexture



- Figures de pôles et figures de pôles inverses
- Fonctions de distribution des orientations cristallines

Détermination des textures : RX – Neutrons - EBSD

Diffraction des rayons X : figures de pôles incomplètes



Diffraction des neutrons : Figures de pôles complètes

EBSD : fichier d'orientations ϕ_1, Φ, ϕ_2

Calcul de la fonction de distribution des orientations cristallines $f(g)$

$$\frac{dV(g)}{V} = \frac{1}{8\pi^2} f(g) dg$$

- Harmoniques sphériques généralisées (Bunge 1982)
- Méthode Vectorielle (Vadon 1981)
- Méthode WIMV (Williams, Imhof, Matthies et Vinel)
- ADC : Cellules définies arbitrairement

Détermination des textures : RX – Neutrons - EBSD

Pénétration du faisceau RX et Neutrons :

Longueur d'atténuation : distance correspondant à $I = I_0/2$

Dépend du matériaux et de la longueur d'onde

Quelques ordres de grandeur...

	Al	Ti	Fe
K α Cu 0,154nm	76 μ m	11 μ m	4 μ m (*)
Neutrons 0,180 nm	66 mm	12 mm	6 mm

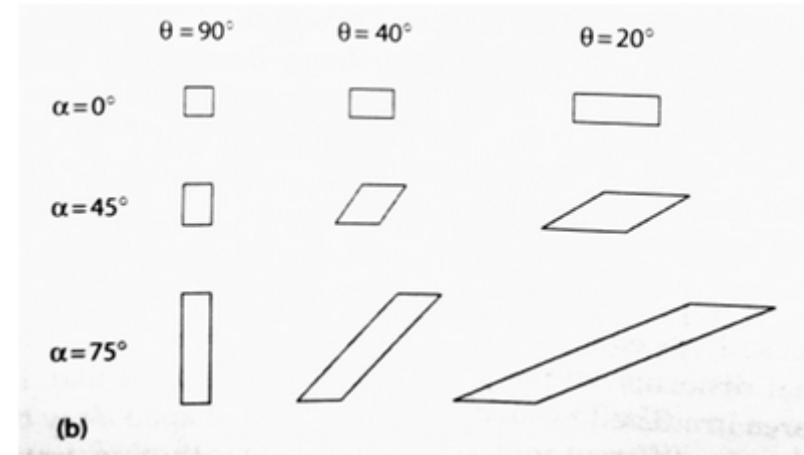
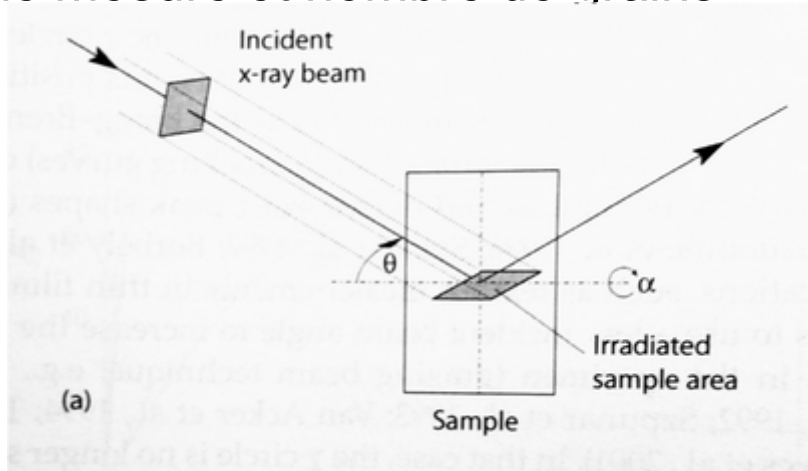
 ~ x 1000

(*) + fluorescence !

Détermination des textures : RX – Neutrons - EBSD

Volume mesuré et nombre de grains

RX



$$S_0 = \sim 1 \text{ mm}^2$$

→ Effets géométriques
+ Oscillation échantillon

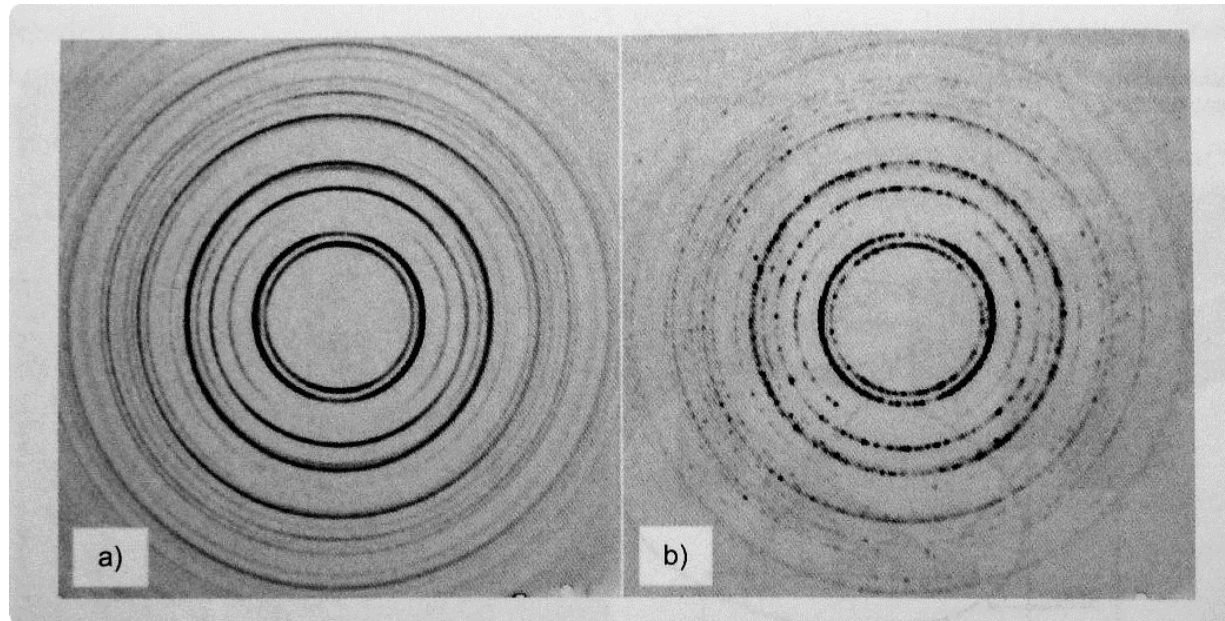
$$S \sim \text{qq } 10 \text{ mm}^2$$

Neutrons : $V \sim 1 \text{ cm}^3$

Taille des grains	DRX	Neutrons
10 μm	10^4 grains	10^6 grains
100 μm	10^2 grains	10^3 grains

Détermination des textures : RX – Neutrons - EBSD

Influence de la taille des grains



Petit grains

Gros grains

Détermination des textures : RX – Neutrons - EBSD

Qualité des cristaux :

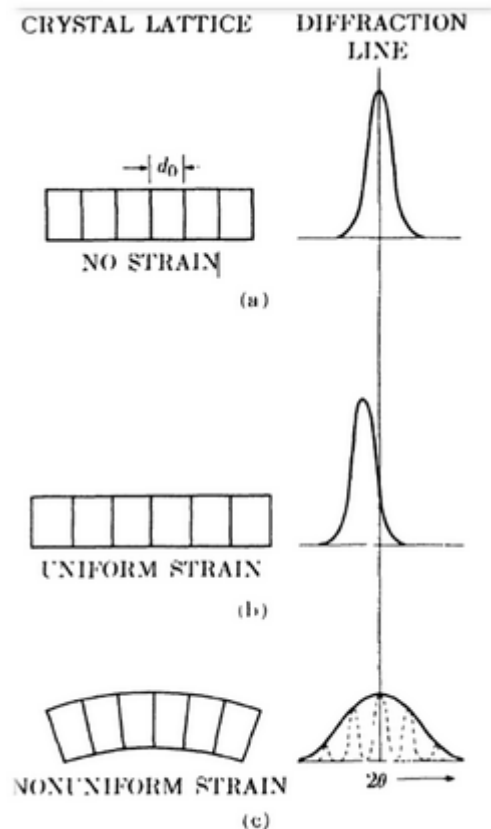


FIG. 9-2. Effect of lattice strain on Debye-line width and position.

Cristaux déformés :

DRX et Neutrons

- Décalage et élargissement 2θ
- Décalage et élargissement α et β

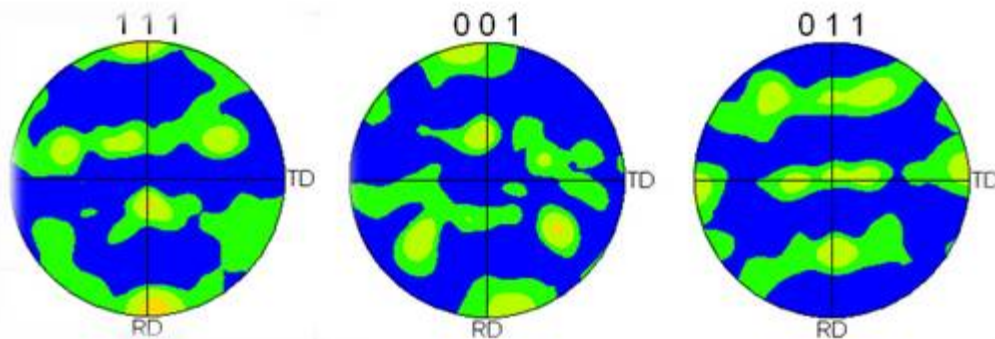
EBSD

- Difficultés pour obtenir les diagrammes de Kikuchi et les indexer dans le cas de déformations importantes

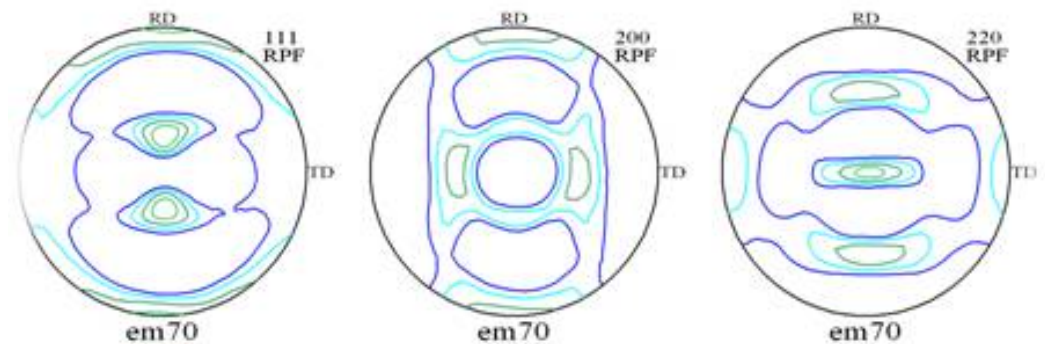
Exemple 1 : Echantillon à gros grains

Alliage Ni-Cr-W
Laminé 70%

(W. Wang ICMMO-LPCES)

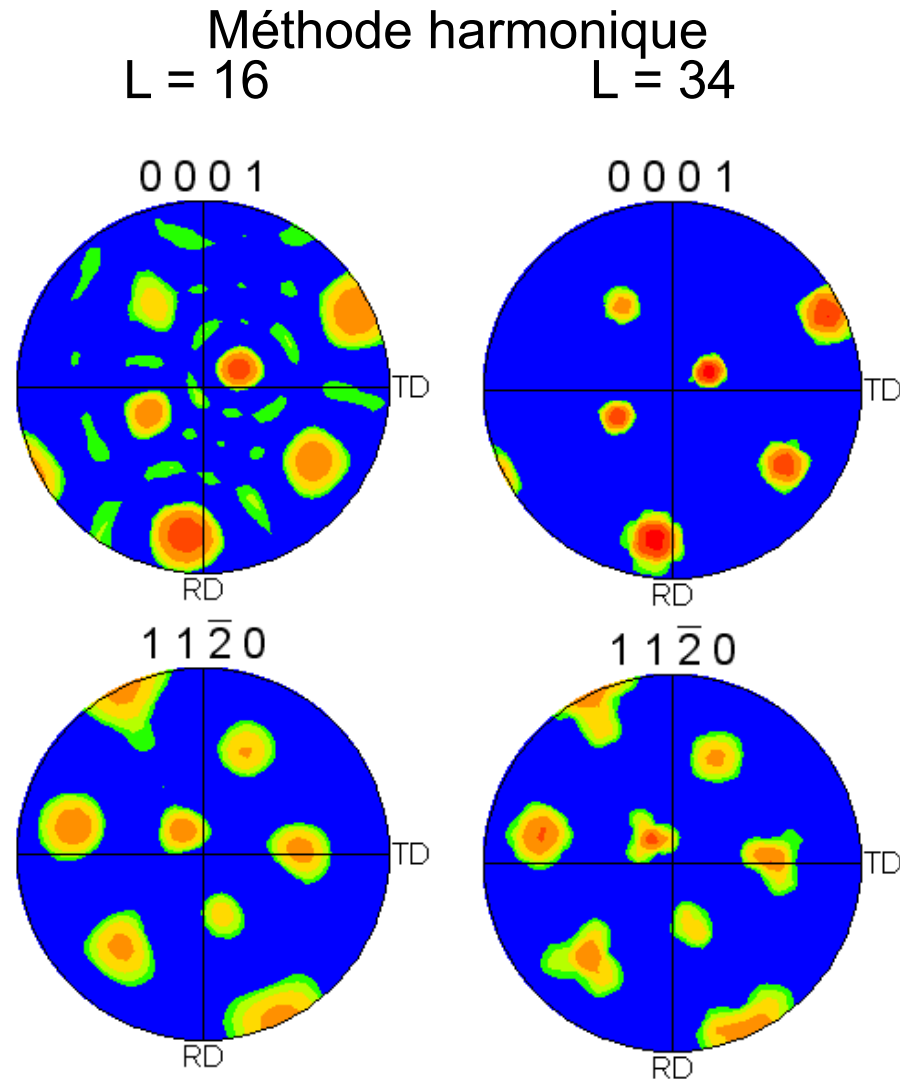


Texture EBSD (MH L=16)
S = 0,5 mm²

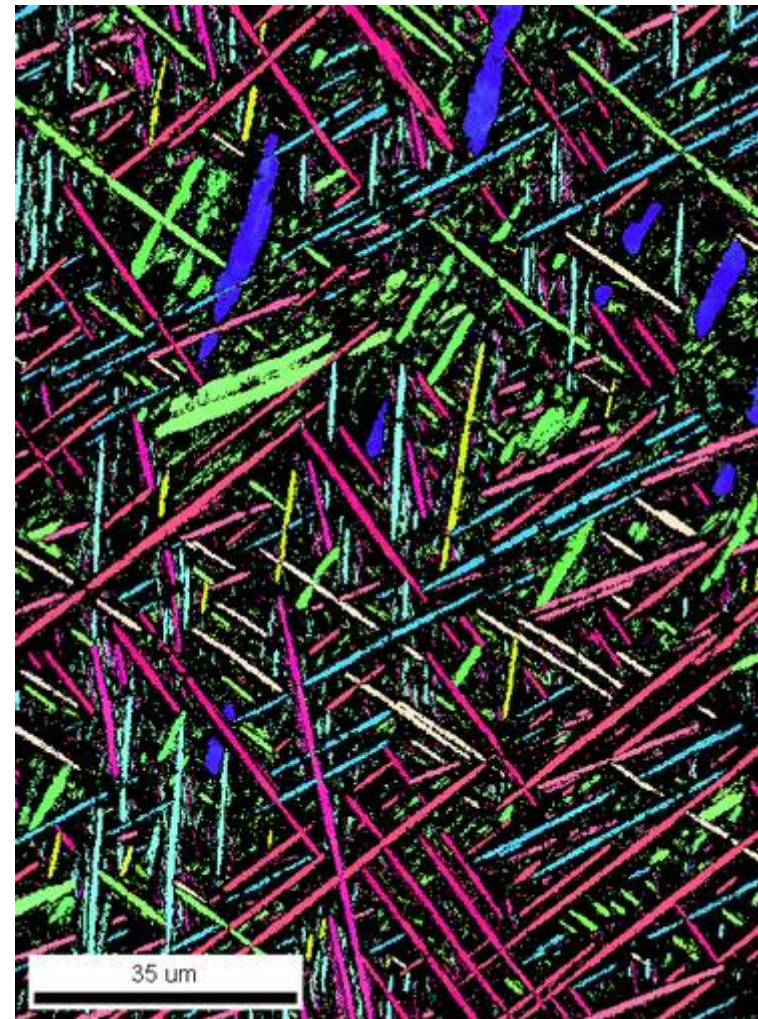


Texture Neutrons (V = 1cm³)

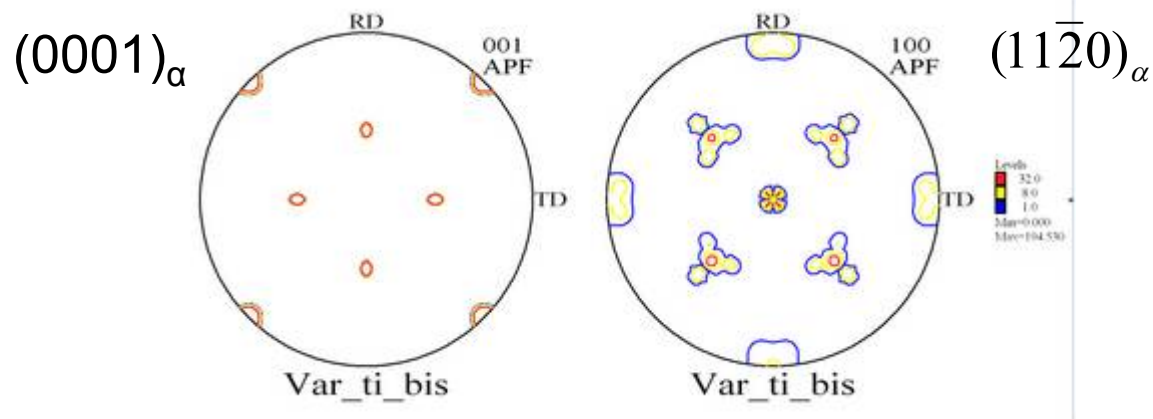
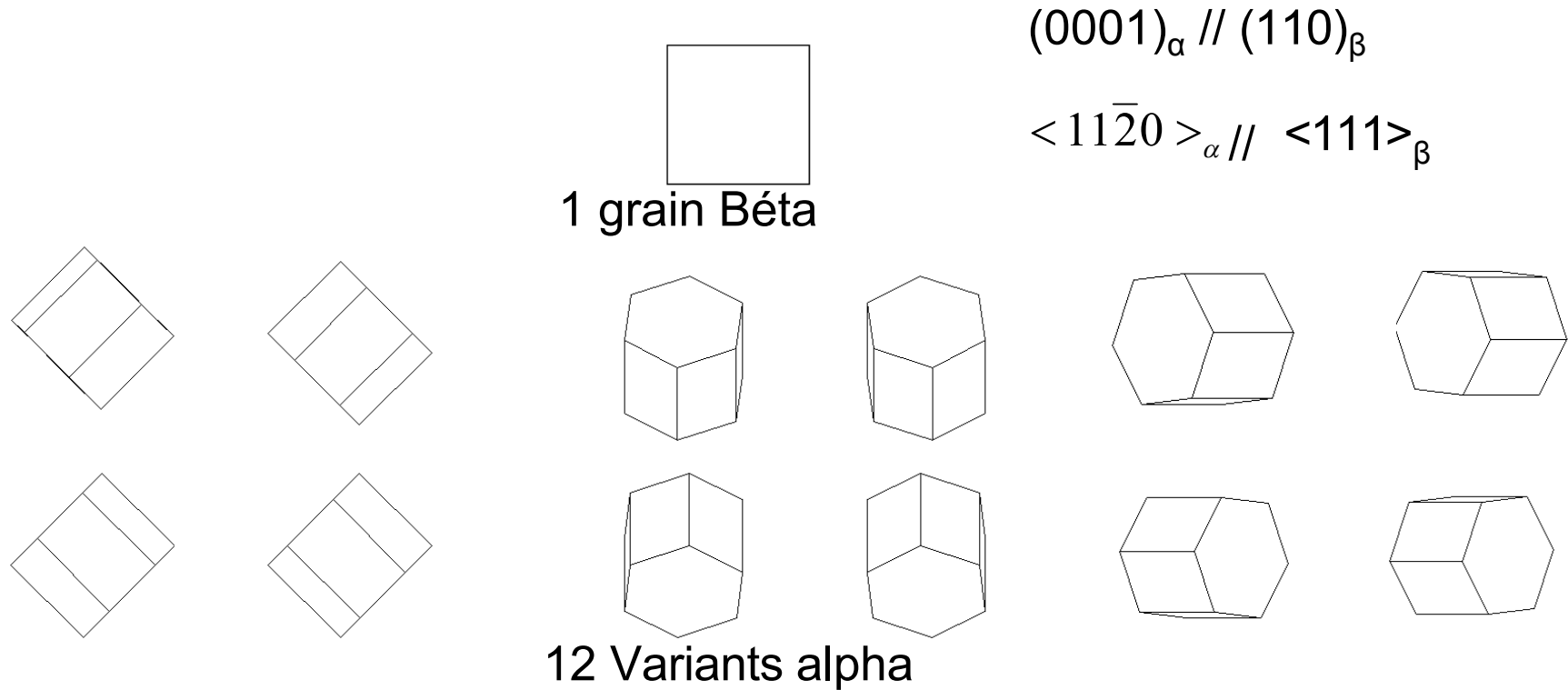
Exemple 2 : Alliage de titane



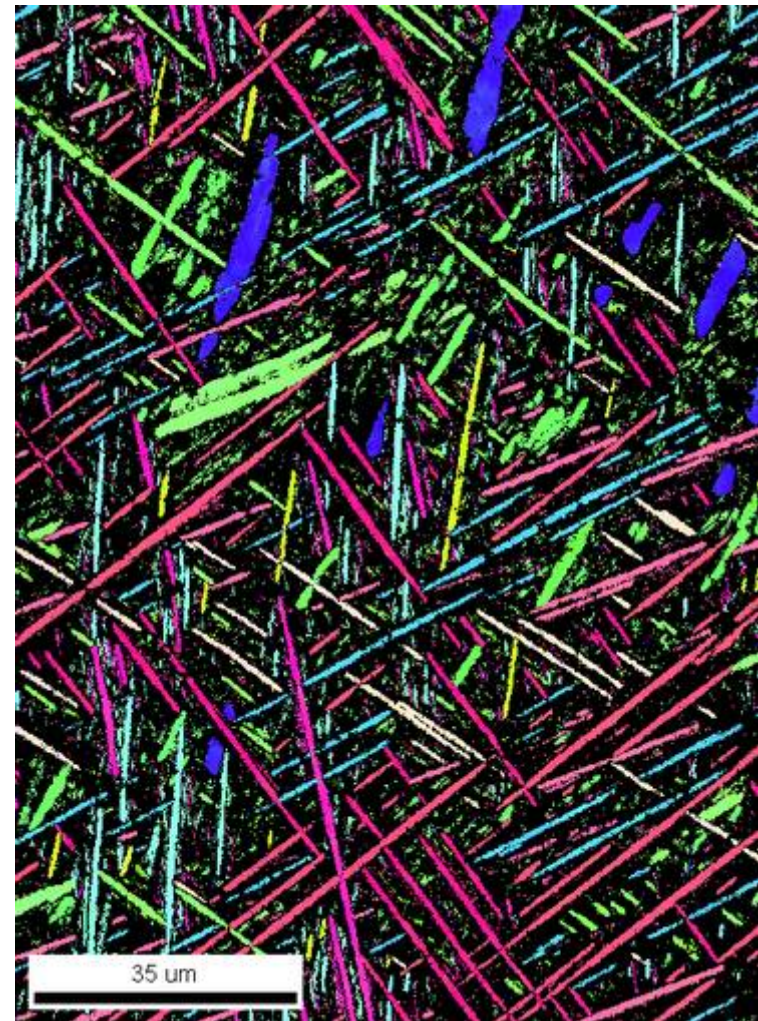
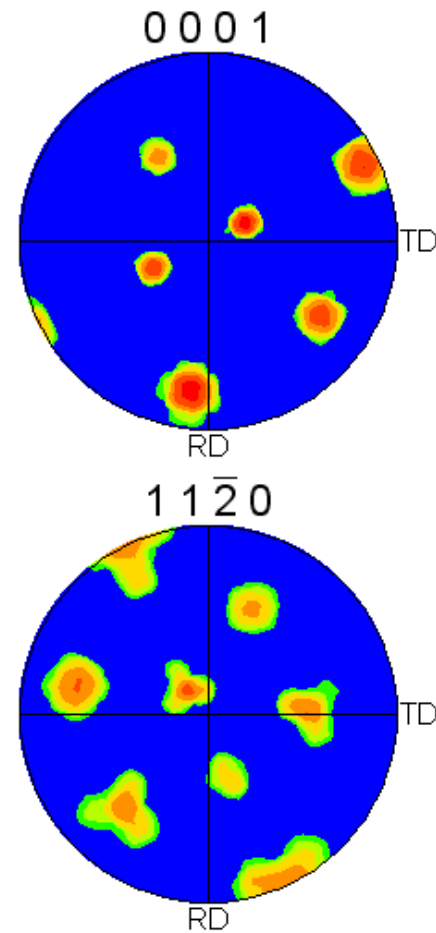
Aiguilles de phase alpha



Exemple 2 : Alliage de titane

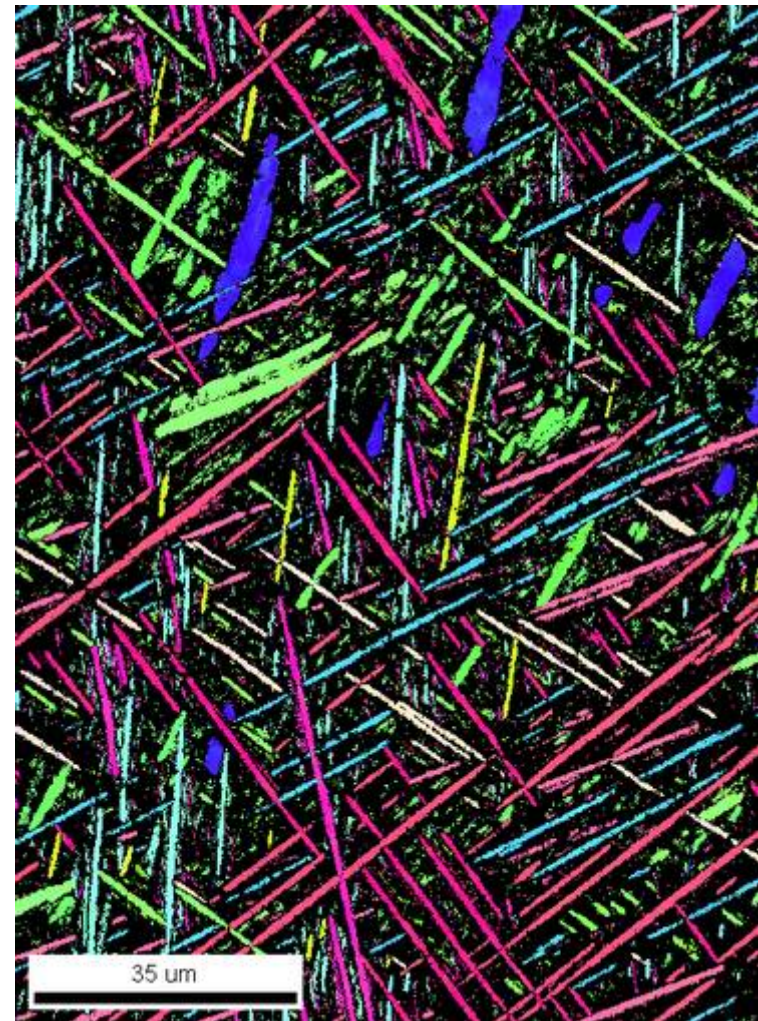
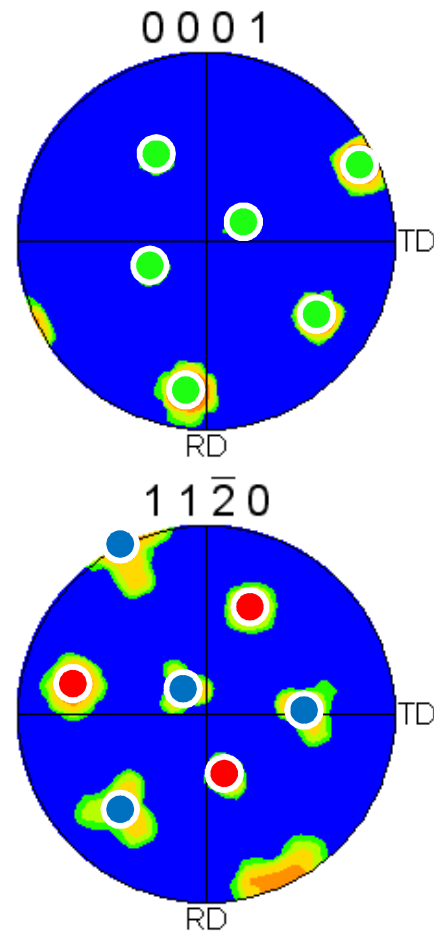
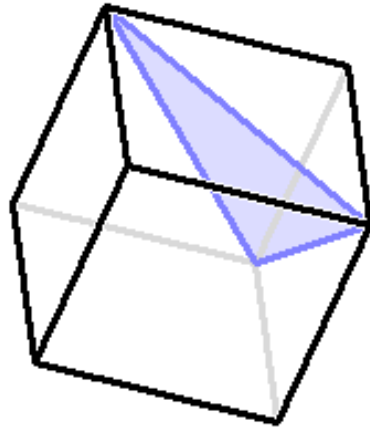


Exemple 2 : Alliage de titane



Exemple 2 : Alliage de titane

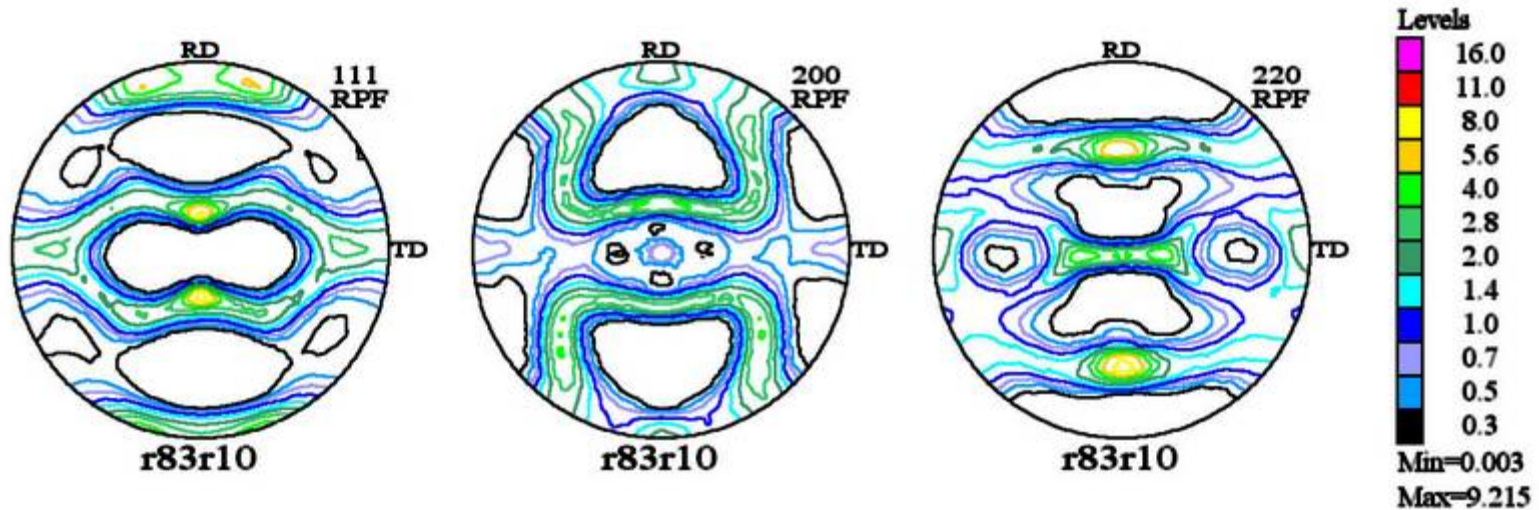
Détermination de l'orientation du grain béta parent



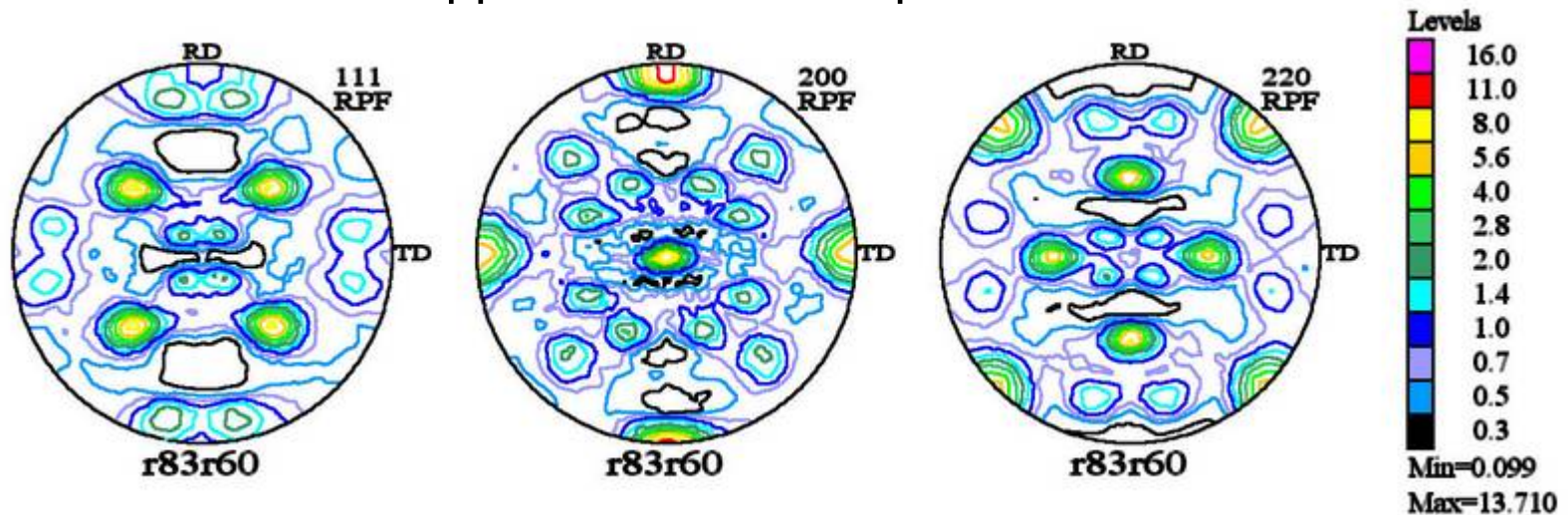
Exemple 3 : Recristallisation de l'invar : Fe-Ni

Déformation de 83% par laminage

(S. Chann - 2007)



→ + recuit à 600°C Développement de la composante cube et de sa mèche

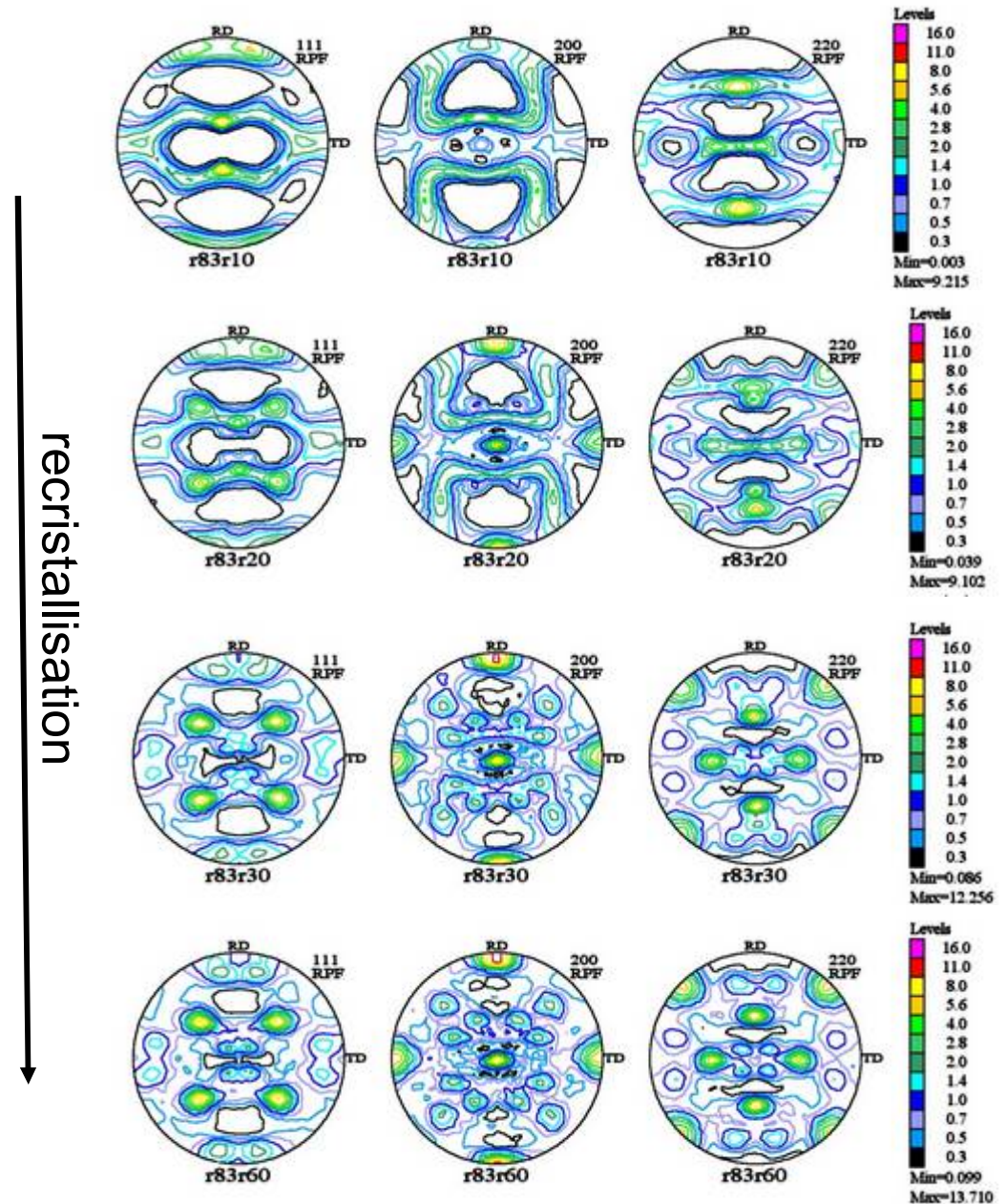


Exemple 3 : Recristallisation de l'invar : Fe-Ni

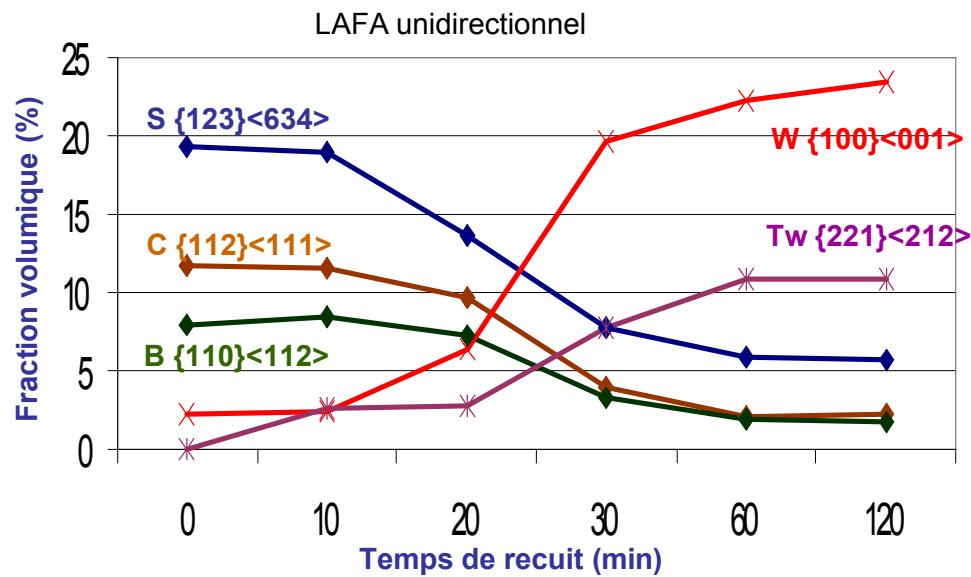
Déformation de 83% par laminage + recuit à 600°C

→ Développement de la composante cube

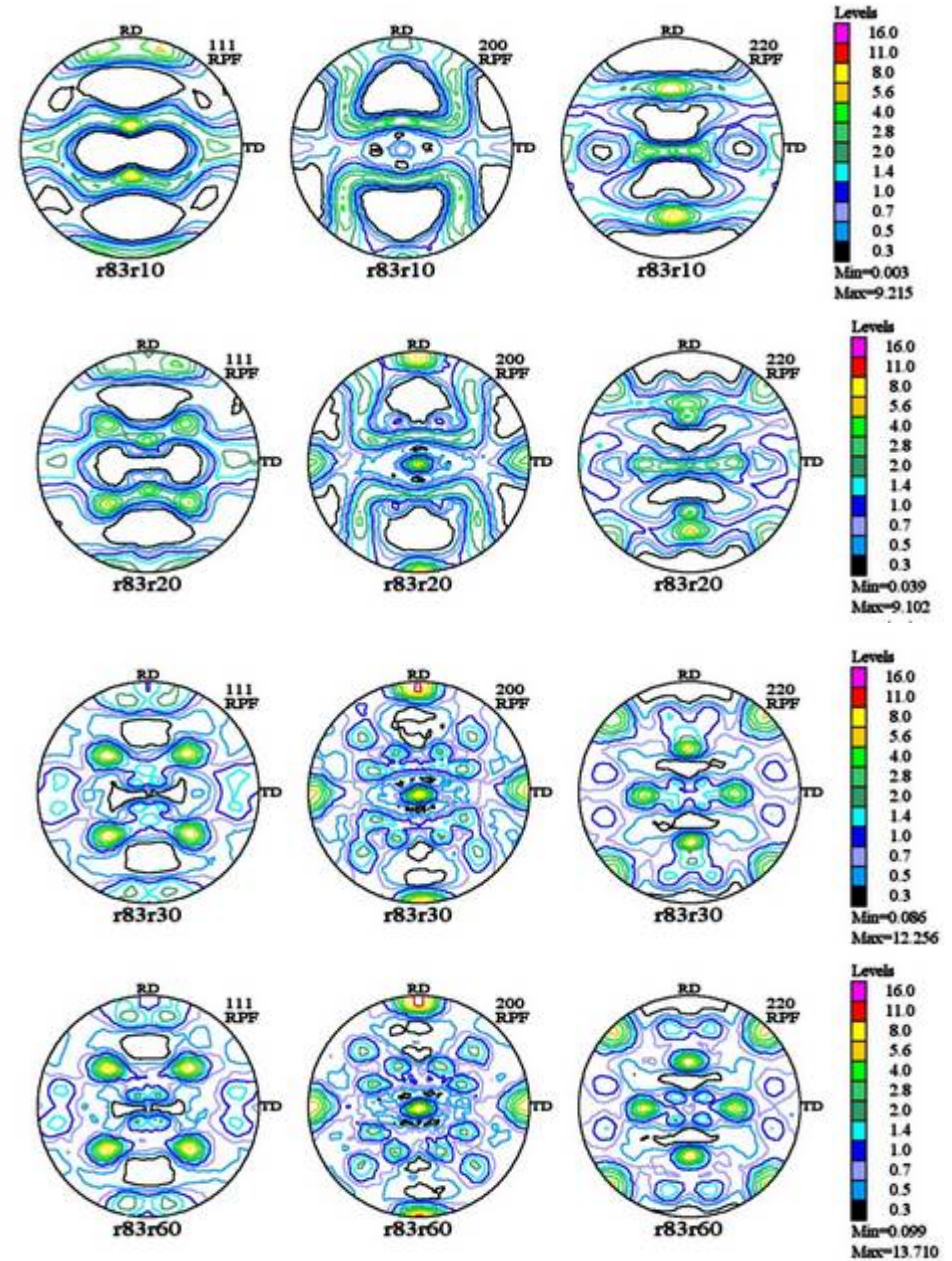
Figures de pôles {111}, {200} et {220} après un recuit de 10, 20, 30 et 60 minutes



Exemple 3 : Recristallisation de l'invar : Fe-Ni



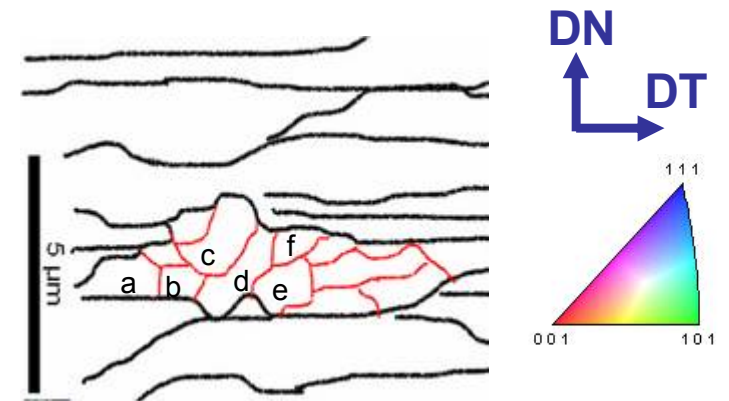
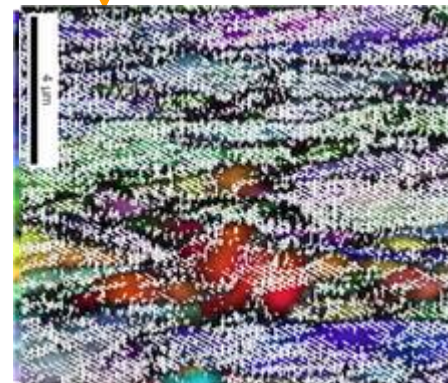
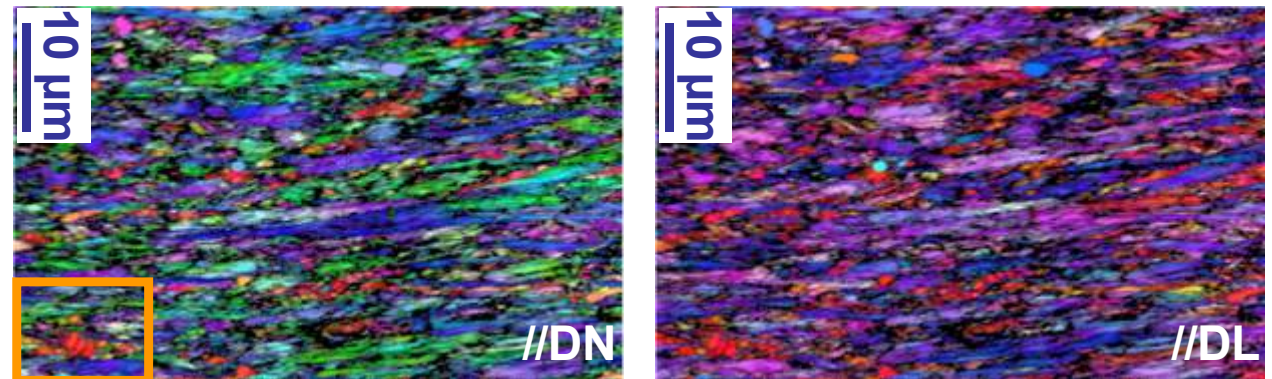
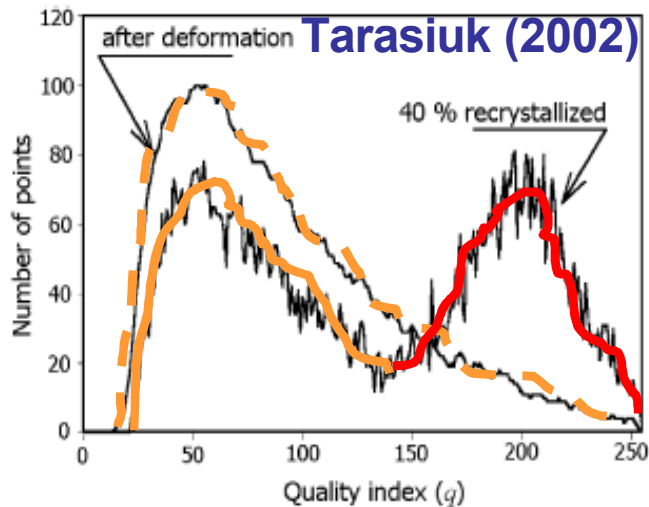
recristallisation



Exemple 3 : Recristallisation de l'invar : Fe-Ni

Formation des premiers grains (FEG)

Recuit 10 min



Composante	R83
S $\{123\}\langle 364 \rangle$	70
C $\{112\}\langle 111 \rangle$	74
B $\{110\}\langle 112 \rangle$	60
W $\{100\}\langle 001 \rangle$	90

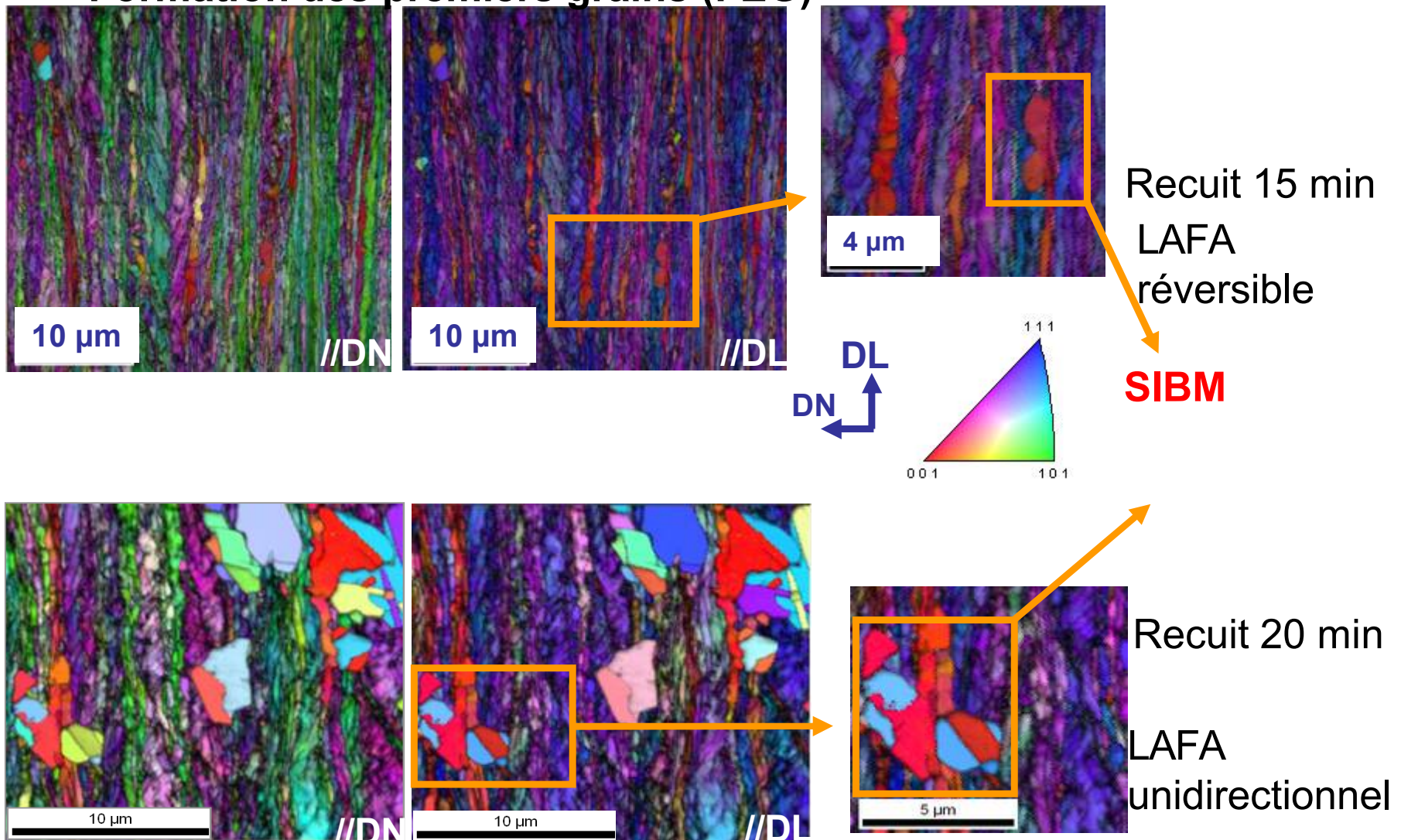


Restauration plus rapide des grains cubes

Sous grains	a	b	c	d	e	f
Taille d (μm)	1,3	0,9	1,4	1	1,3	0,7
Désorientation entre ($^\circ$)	a-b	-	c-d	d-e	e-f	-
	13	-	5	9	10	-

Exemple 3 : Recristallisation de l'invar : Fe-Ni

Formation des premiers grains (FEG)



Conclusions

- Avoir un nombre de grains suffisant (> 1000)
- Adapter la technique à la taille des grains
- Choisir les paramètres pour le calcul des fonctions de distribution des orientations cristalline (Méthode harmonique)

MERCI POUR VOTRE ATTENTION !

bibliographie

O.Engler, V. Randle, Introduction to texture analysis, microtexture, microtexture and orientation mapping. 2nd edition, CRC Press, 2010.

F Kocks, C.N. Tomé, H.-R. Wenk, Texture and Anisotropy. Cambridge Univ. Press, 1998

A. Lodini, T. Baudin, ,Rayonnement synchrotron, rayons X et neutrons au service des matériaux – Analyse des contraintes et des textures, EDP Sciences, 2012

Merci pour votre attention !