



EBSD en transmission dans le MEB

Fabrice GASLAIN - *Centre des Matériaux, Mines ParisTech , Evry*

Florence ROBAUT - *CMTC - Grenoble INP, Saint Martin d'Hères*



- Cette technique à émergé à partir de 2010 et est le fruit des recherches d'une équipe du National Institute of Standards and Technology NIST (Katherine P. Rice, Roy H. Geiss, Robert R. Keller).
- Suite à la publication de leurs 1^{er} résultats, quelques équipes et les constructeurs de systèmes EBSD se sont intéressés à cette technique.
- Trois appellations pour une même technique :
 - **TKD pour Transmission Kikuchi Diffraction**
(dénomination la plus juste mais dont l'acronyme existe déjà dans d'autres domaines scientifiques – 217 résultats dans Web of Knowledge)
 - **t-EBSD pour Transmission EBSD**
(dénomination la moins juste, mais la plus parlante)
 - **t-EFSD pour Transmission Electron Forward Scatter Diffraction**

Diffraction Kikuchi en Transmission MEB

Quel intérêt ? La caractérisation des nano-matériaux

- Dimensions de l'échantillon $\leq \lambda$, mauvaise diffusion des électrons
 - section efficace de diffusion des e^- faible,
 - l'information caractéristique de l'échantillon transportée par les e^- diffusés est pauvre, notamment pour E_{e^-} élevées.
- Intérêt du MEB par rapport au MET :
 - E_{e^-} faible $\Rightarrow \lambda \downarrow$, section efficace de diffusion des $e^- \uparrow$
- \emptyset particules < 50 nm : intérêt du MEB

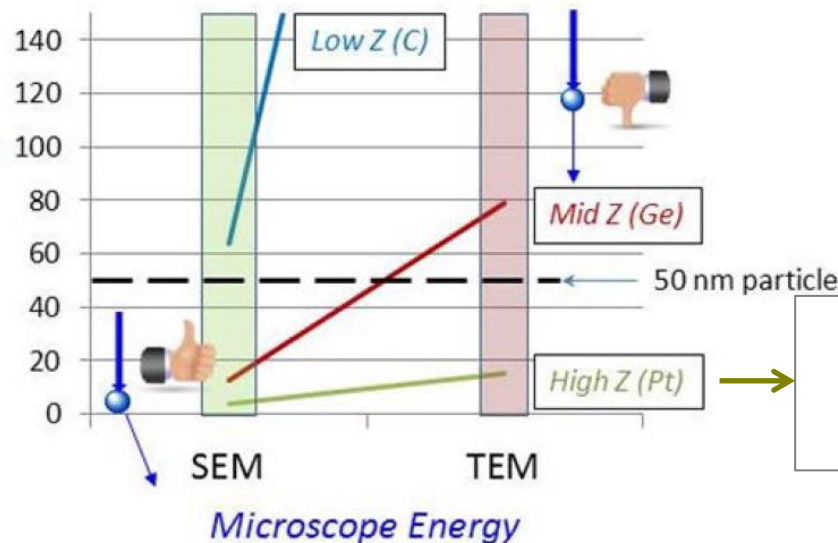
libre parcours moyen des e^- :

$$\lambda = f(Z, E_{e^-})$$

$$\lambda \uparrow \text{ avec } 1/Z^2, E_{e^-}^2$$

Taille minimum de la structure du matériau pour une forte diffusion des e^- ($\sim \lambda$, nm)

Scattering forms the basis for all information measured by electron microscopy.

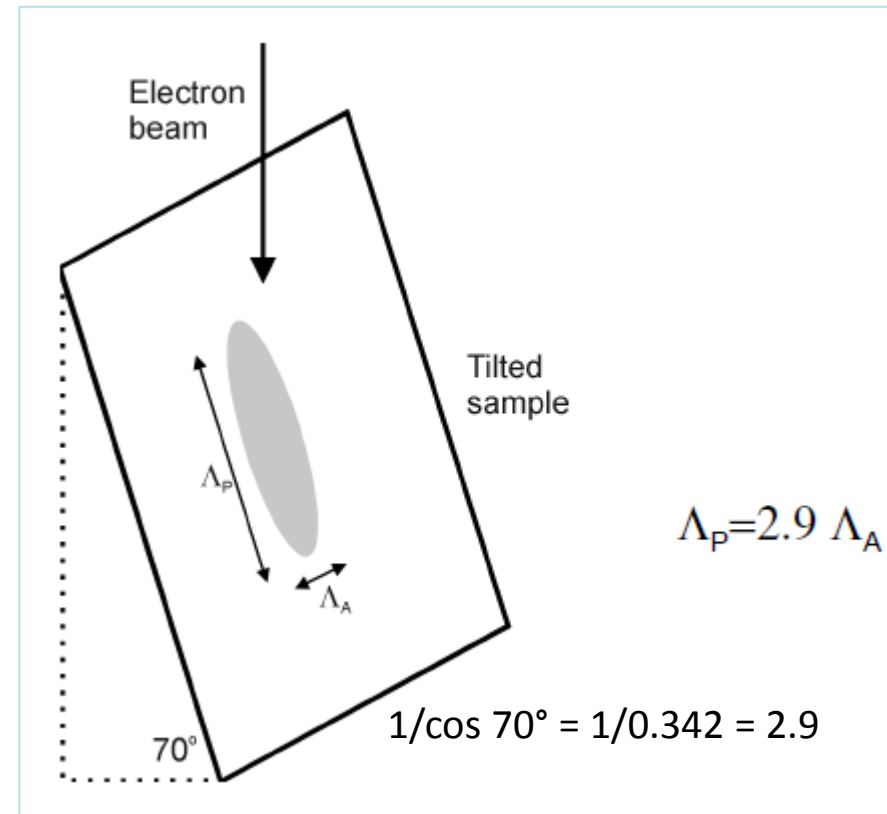
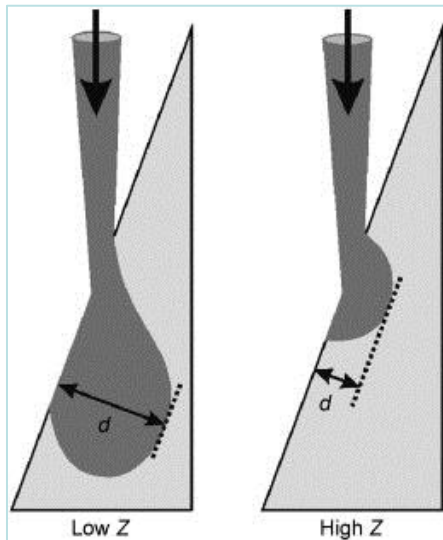


Matériaux lourds nanométriques. Caractérisation MEB et MET : OK

EBSD conventionnel

Résolution spatiale

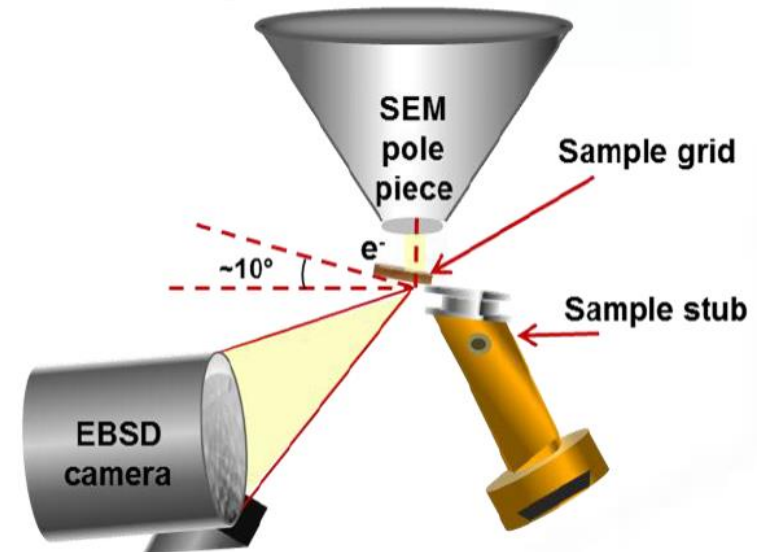
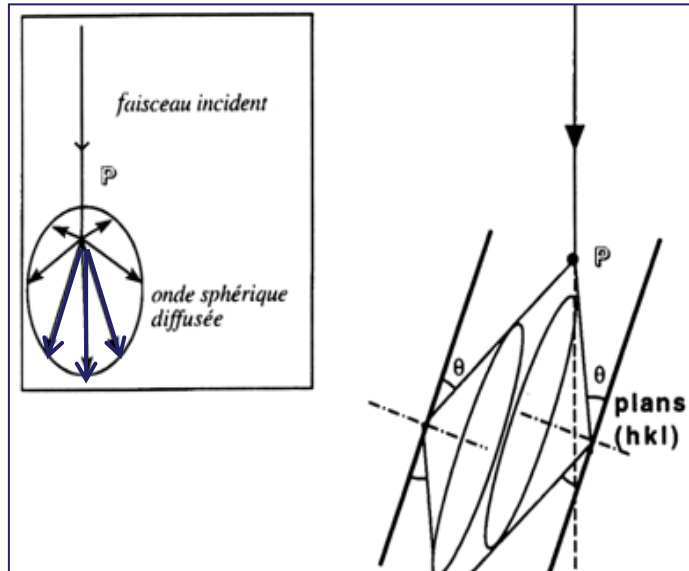
- Echantillon massif ¹ :
 $\Lambda_A \sim 20 \text{ nm}$ // axe de tilt
 $\Lambda_P \sim 60 \text{ nm}$ \perp axe de tilt
- Particules isolées ² :
 $\Lambda \sim 120 \text{ nm}$ (Fe-Co)



- Profondeur d'émergence des e^- rétrodiffusés diffractés : quelques dizaines de nm, dépend principalement de Z et E_{e^-}

Résolution spatiale

- La diffraction Kikuchi en transmission dans le MEB (TKD/t-EBSD) est une technique de mesure automatisée des orientations cristallines avec une résolution spatiale **~10 fois supérieure à l'EBSD**.¹

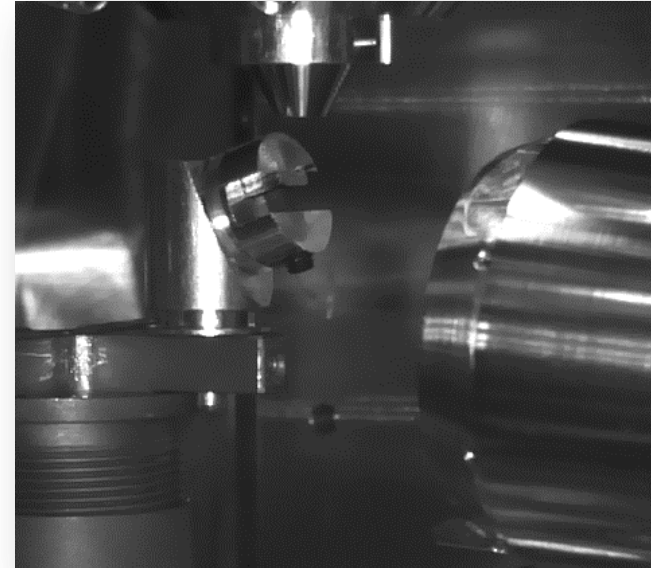
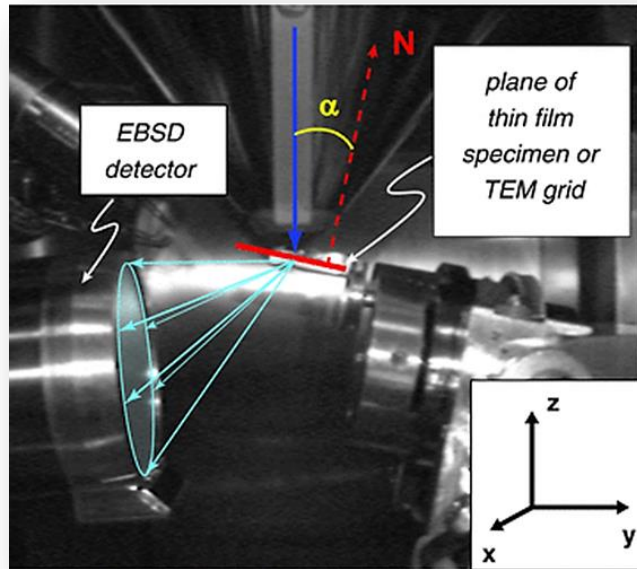


POURQUOI ?

- Diffusion des e^- au point source P favorisée dans la direction vers l'avant \rightarrow diffraction Kikuchi des e^- proches de la surface.
- Détection des e^- ayant diffusé au point P aux plus faibles angles par rapport à ceux détectés en EBSD conventionnel.
- Poire d'interaction plus petite.

Diffraction Kikuchi en Transmission MEB

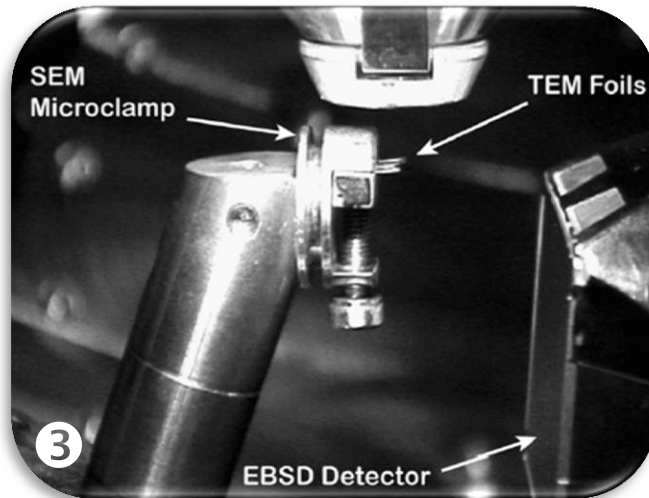
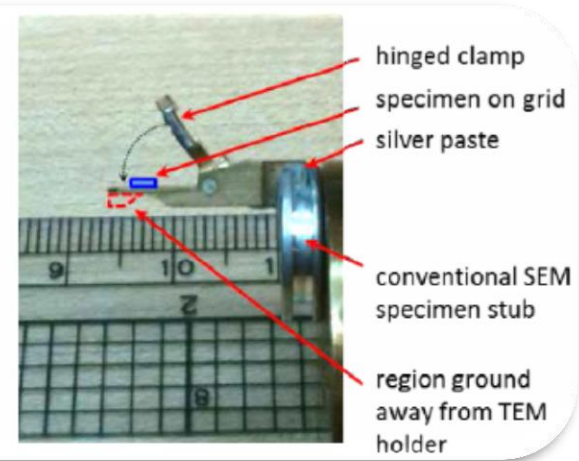
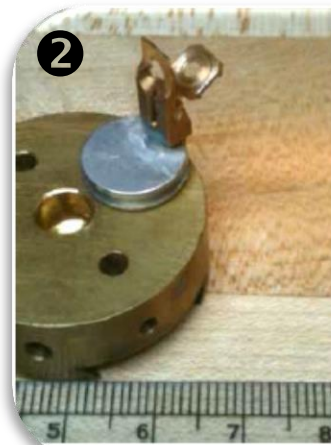
Echantillons



- Echantillon **transparent aux e^-** typiquement préparé pour une observation au MET
 - lame mince (polissage électrolytique ou ionique)
 - échantillon déposé sur une grille MET (film, particules, etc...)
- Tilt échantillon : 0° à 30° (jusqu'à 40°) **à l'opposé** de l'écran EBSD
- **Système EBSD commercial**
- Pattern center : \sim haut de l'écran EBSD (WD ~ 3 à 12 mm)
- E_{e^-} : 15 à 30 kV • I : 200 pA à 10 nA
- Dwell time : *idem* pour EBSD conventionnel

Diffraction Kikuchi en Transmission MEB

Mise en œuvre



- 1 Grille fixée sur un stub SEMclip¹
- 2 Porte échantillon MET simple tilt¹

- 3 Film fixé dans un micro-étai²
- 4 Lame fixée dans un micro-étai

¹ R.R. Keller, NIST, Microscopy and Microanalysis Webinar (2013)

² P. Trimby, Ultramicroscopy, 120 (2012) 16

Mise en œuvre - comparatif

- **P. Trimby :**
 - 20-30 kV, 1-10 nA, CCD Nordlys S (caméra rapide)
 - échantillon à l'horizontale à WD 5 mm.
 - écran EBSD rectangulaire : à la position standard
 - Haut de l'écran EBSD à 5 mm. en dessous de l'éch.
 - vit. d'acquisition : 30-65 clichés/s. (clichés : 168 x 128 pixels)
- **R. Keller :**
 - 15-30 kV, 400-600 pA, CCD Digiview 1612 (caméra résolue)
 - échantillon tilté à -20°
 - WD 10 mm pour que le Pattern Center soit situé sur l'écran; écran EBSD circulaire \varnothing 40 mm
 - distance écran EBSD - échantillon = 30 mm
 - vitesse d'acquisition : >1 cliché/s. (clichés : 453 x 453 pixels) mais vitesse non communiquée
- **Plage analysée en TKD/t-EBSD $\sim 20 \times 20 \mu\text{m}$.**
En raison de la nécessité de la transparence au e^- et du faible pas considéré (\sim quelques nm)

Comparatif EBSD et TKD/t-EBSD

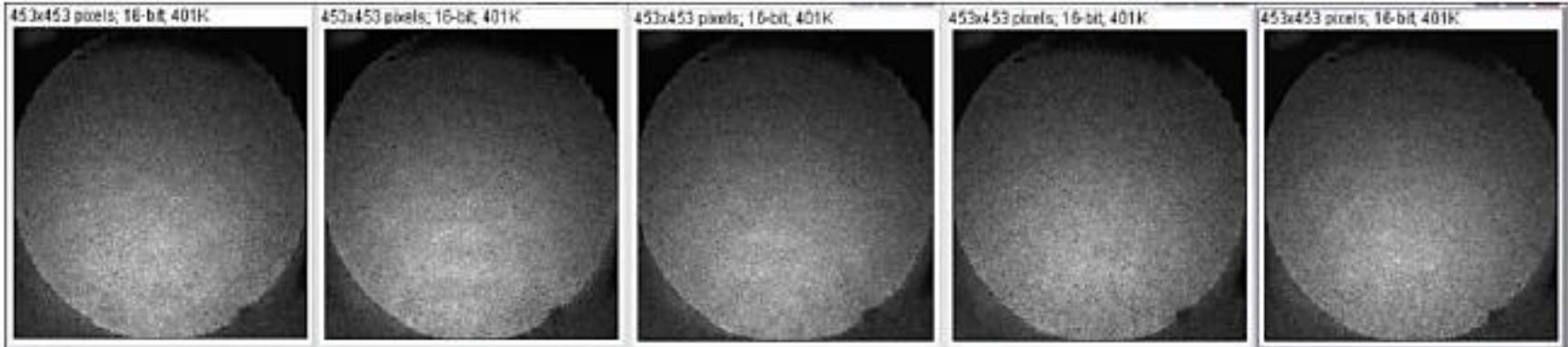
Exemple (1/3)

Ni 40 nm

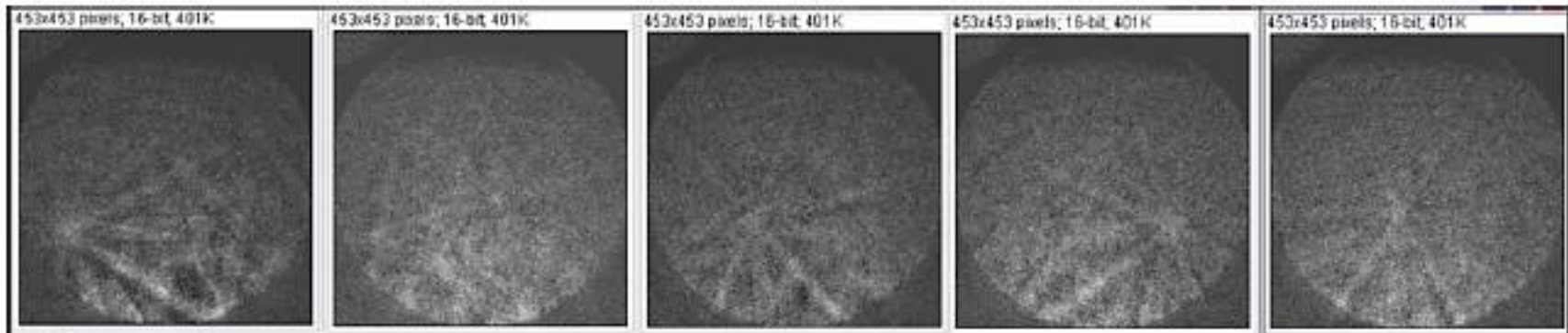
Ta 2,5 nm

Membrane Si₃N₄ 40 nm

Diffraction d'un dépôt de Ni : $\varnothing_{\text{moyen}}$ des grains = 15 nm



Analyse EBSD conventionnelle en plusieurs points : pas de cliché indexable

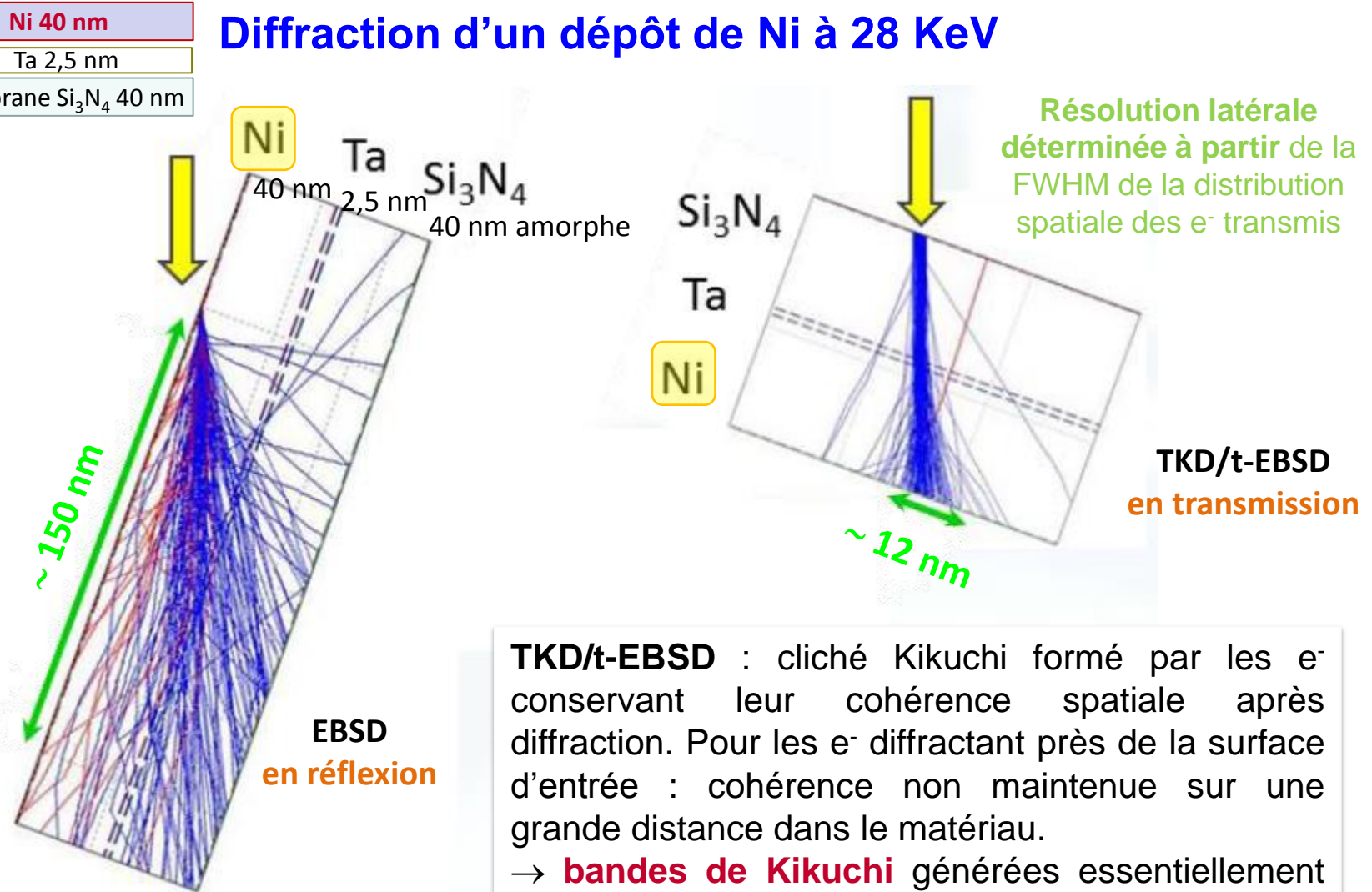


Analyse TKD en plusieurs points (pas : 20 nm) : clichés *structure* Ni indexables

Comparatif EBSD et TKD/t-EBSD

Exemple (2/3)

Diffraction d'un dépôt de Ni à 28 KeV



Résolution latérale déterminée à partir des trajectoires des e⁻ dont $E \geq 0.9 E_0$

TKD/t-EBSD : cliché Kikuchi formé par les e⁻ conservant leur cohérence spatiale après diffraction. Pour les e⁻ diffractant près de la surface d'entrée : cohérence non maintenue sur une grande distance dans le matériau.

→ **bandes de Kikuchi** générées essentiellement par e⁻ diffractant près de la surface de sortie.

Exemple (3/3)

Ni 40 nm

Ta 2,5 nm

Membrane Si₃N₄ 40 nm

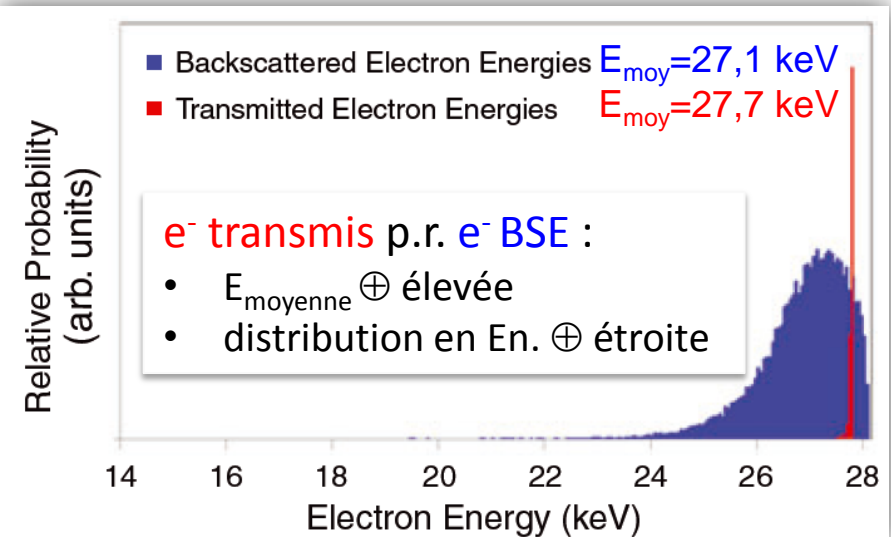
Résultats de la simulation de Monte-Carlo Diffraction d'un dépôt de Ni à 28 keV

- EBSD (réflexion) :
 - Ø de sortie des e⁻ rétrodiffusés quasi-élastiques ($E \geq 0.9 E_0$: e⁻ contribuant le plus fortement à la formation des EBSP)
 - ~ **50 nm** (//axe de tilt) x **150 nm** (⊥ axe de tilt)
- TKD/t-EBSD (transmission) :
 - FWHM de la distribution spatiale des e⁻ transmis
 - ~ **12 nm** dans les 2 directions (influence du tilt négligeable)

*Résultats cohérents
avec les résultats expérimentaux
sur cet échantillon*

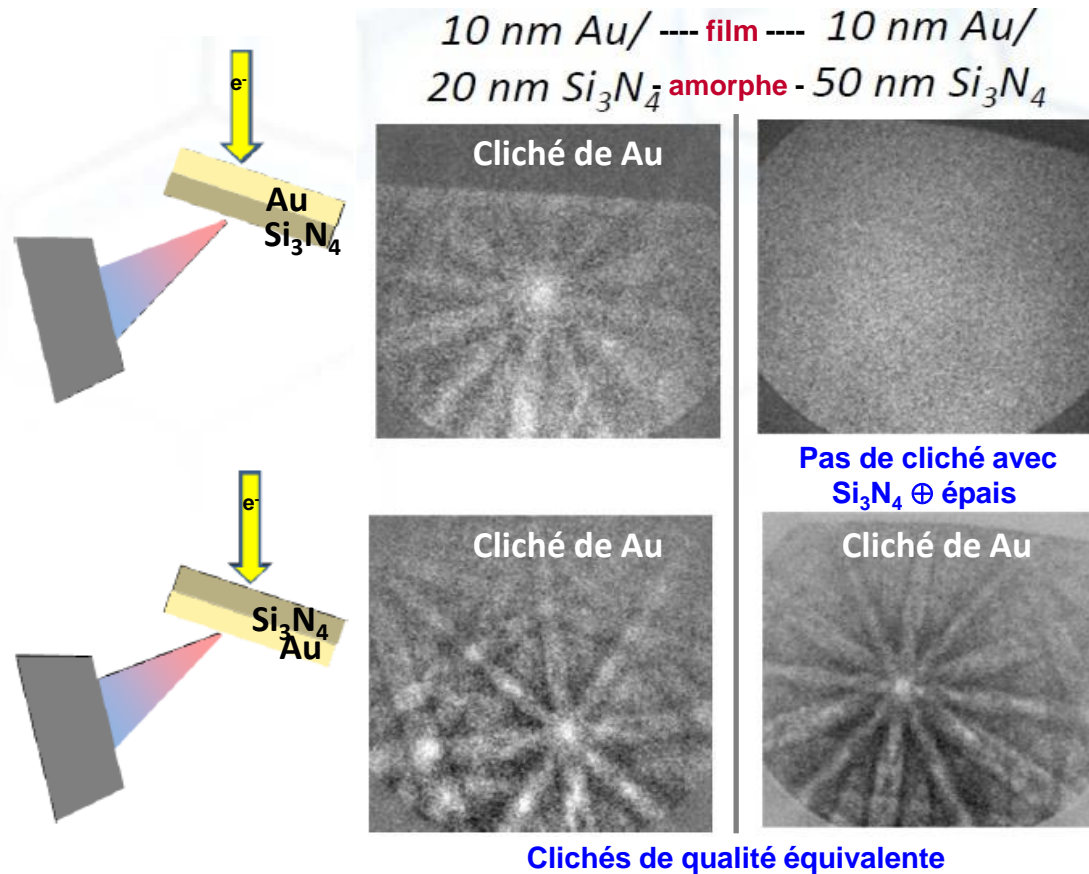
Détection des bandes de Kikuchi en transmission :

- Volume d'interaction des e⁻ réduit
- Amélioration de la résolution spatiale latérale d'un ordre de grandeur



TKD/t-EBSD :

Profondeur d'émergence des e^- diffractés – ex. 1 (1/2)



Conclusion :

Les e^- diffractant à proximité de la surface d'entrée des e^- incidents ne peuvent pas garder leur cohérence spatiale, après diffraction, sur une grande distance dans l'échantillon.

→ les e^- participant à la formation des bandes de Kikuchi sont issus d'une profondeur très proche de la surface de sortie du matériau cristallin

TKD/t-EBSD :

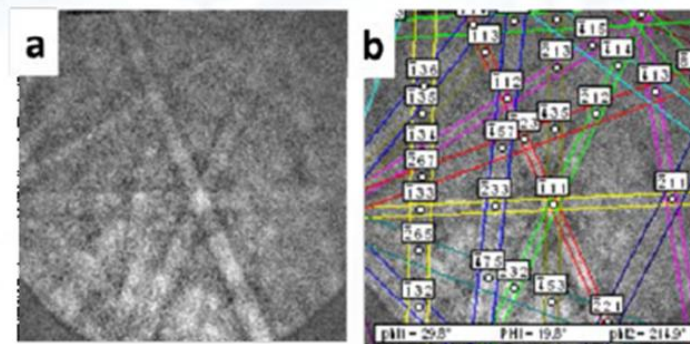
Profondeur d'émergence des e⁻ diffractés – ex. 1 (2/2)

Les e⁻ participant à la formation des bandes de Kikuchi sont issus d'une profondeur très proche de la surface de sortie du matériau cristallin.

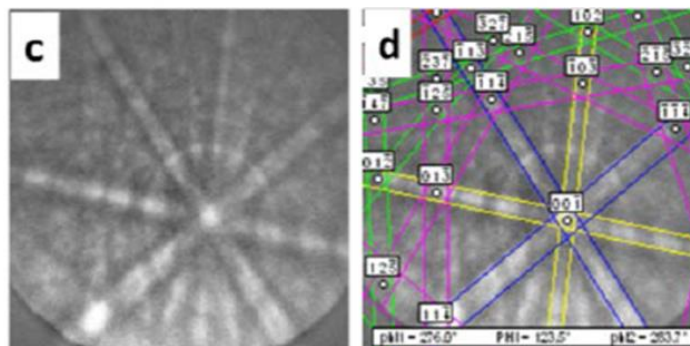
→ Analyse TKD/t-EBSD possible pour les échantillons dont la **taille des grains < épaisseur du film**

MAIS si la profondeur d'émergence des e⁻ diffractés > taille des grains, **ALORS**, il y'a superposition les clichés sur le diagramme de Kikuchi

Caractérisation possible de films ultra-minces



Structure monoclinique
Pattern from HfO₂ films of thickness 10 nm.



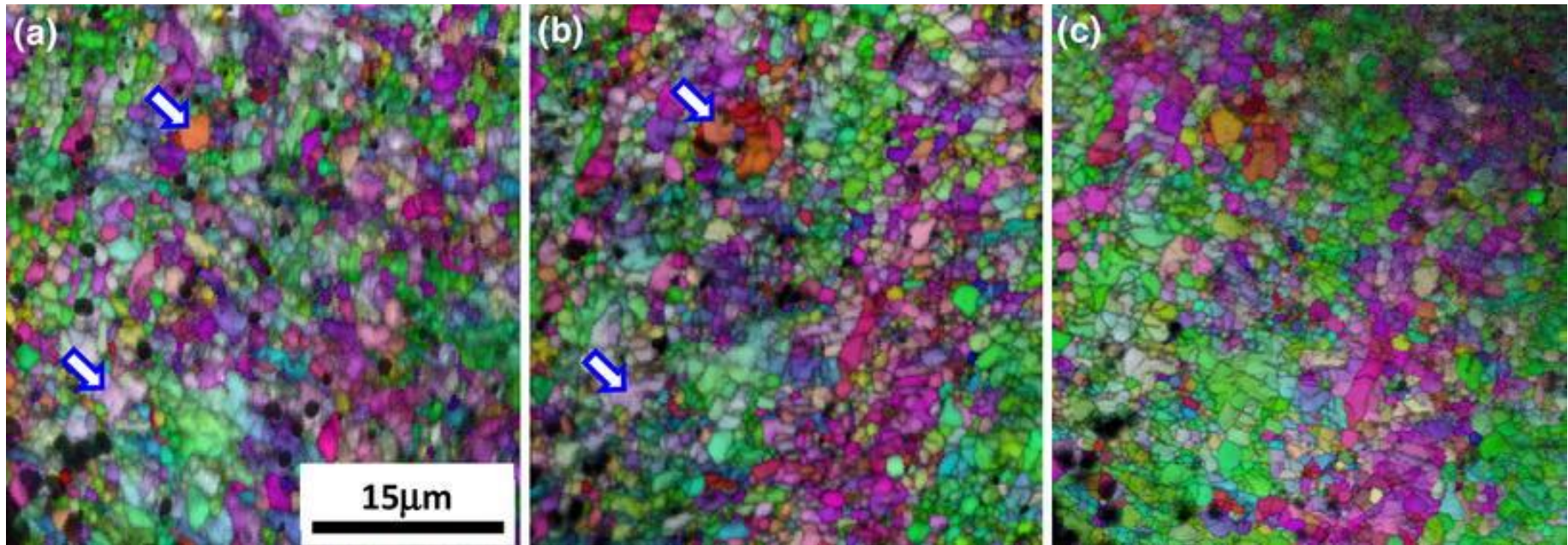
Pattern from HfO₂ films of thickness 5 nm.

TKD/t-EBSD :

Profondeur d'émergence des e⁻ diffractés – ex. 2

Les e⁻ participant à la formation des bandes de Kikuchi sont issus d'une profondeur très proche de la surface de sortie du matériau cristallin.

Selon le type d'échantillon (ici un acier 8Cr Martensitique) et si son épaisseur reste stable (entre 100 et 400 nm), la superposition de grains ne pose pas réellement de problèmes.



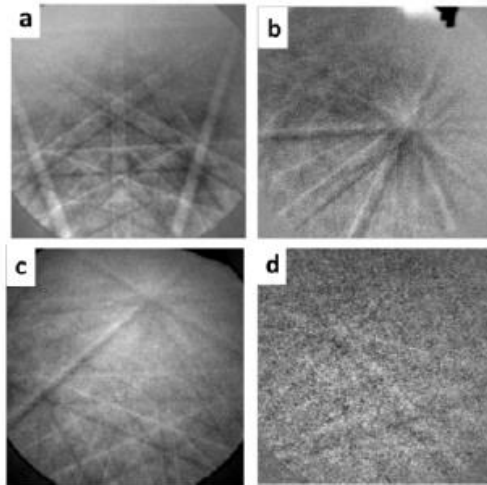
EBSD face supérieure

EBSD face inférieure

TKD/t-EBSD

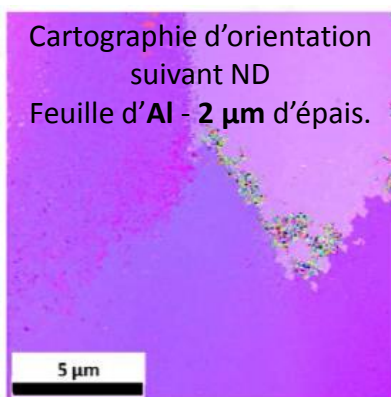
TKD/t-EBSD :

Epaisseur des échantillons pouvant être analysée (1/2)



Patterns from thick Al foils:

- (a) 800 nm,
- (b) 1.5 μm ,
- (c) 2 μm ,
- (d) 3 μm



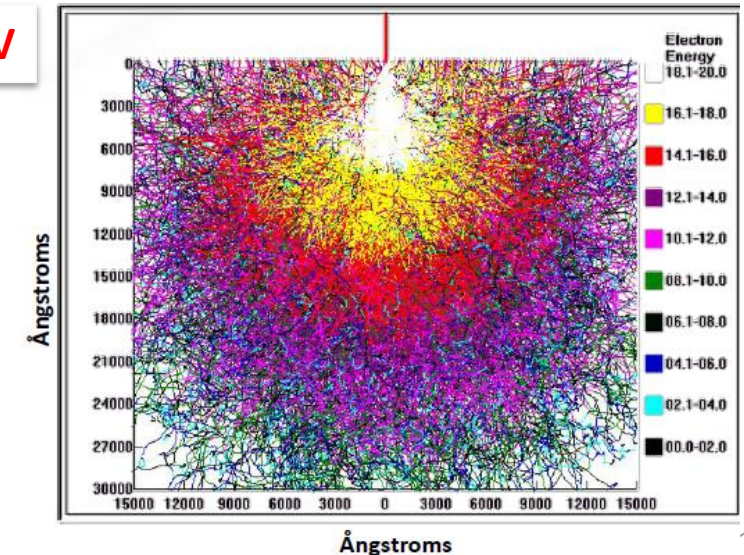
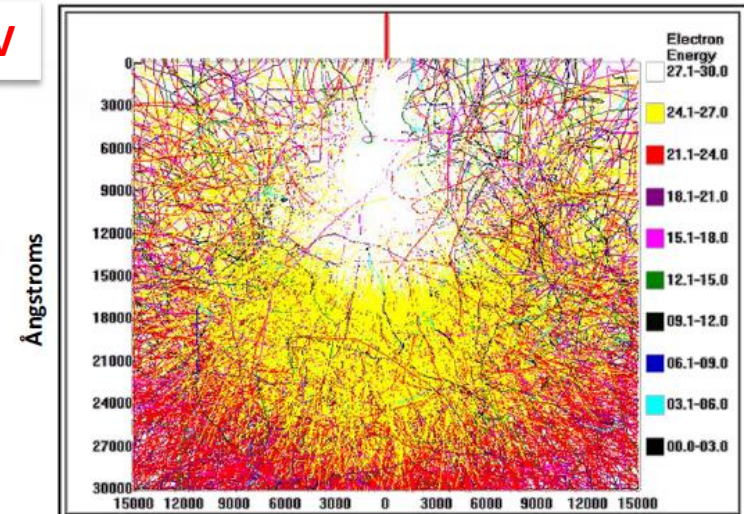
$E_0=30 \text{ kV}$

Beaucoup d'e-
ayant perdu peu
d'énergie (en
rouge)
Certains sortant
de l'échantillon

$E_0=20 \text{ kV}$

Peu ou pas d'e-
sortant de
l'échantillon

Film Al épaisseur 3 μm

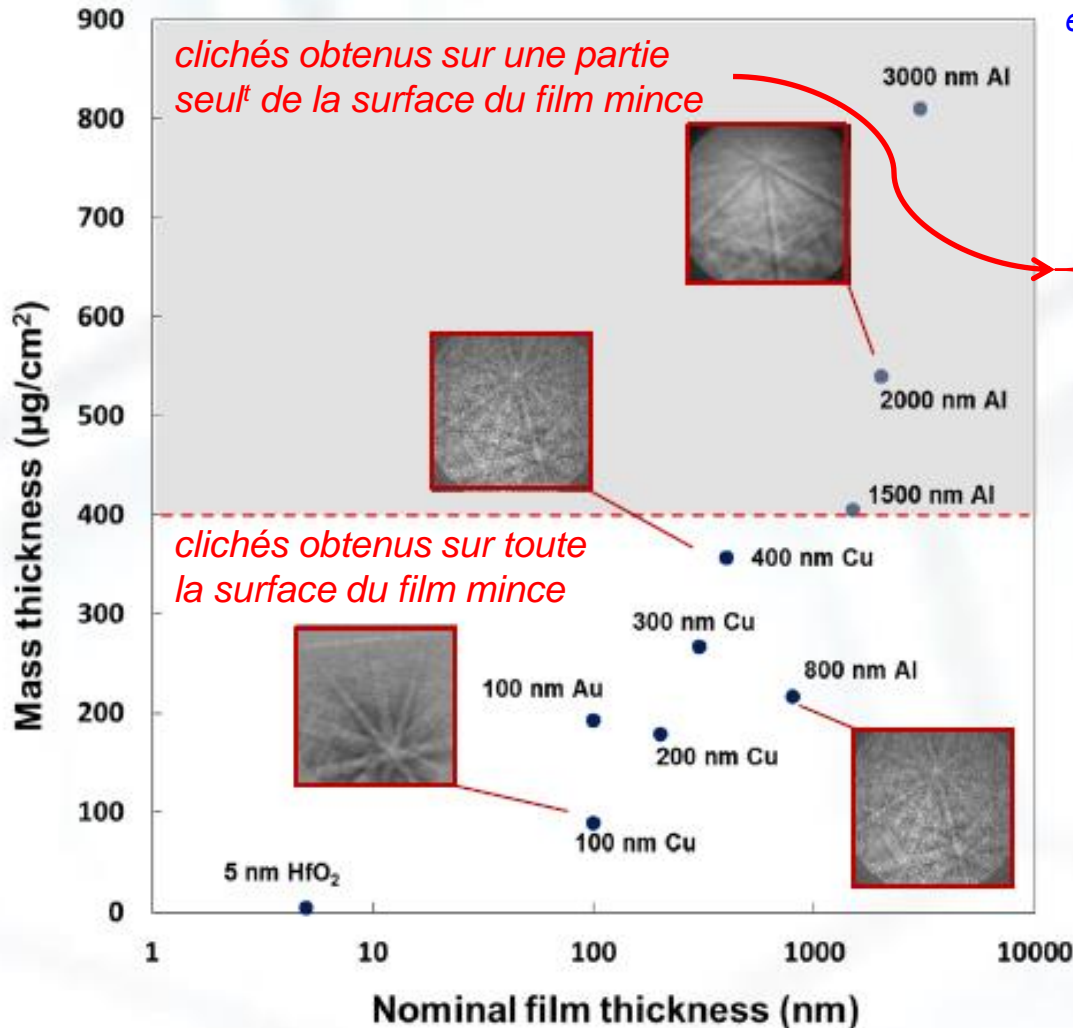


TKD/t-EBSD :

Épaisseur des échantillons pouvant être analysée (2/2)

Épaisseur massique $\stackrel{\text{def}}{=} \text{densité} \times \text{épaisseur}$: un paramètre pertinent pour déterminer l'aptitude d'un film à être analysé en TKD/t-EBSD

*t-EBSD/TKD utilisé avec succès pour échantillon dont épaisseur massique comprise dans l'intervalle :
[5 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$; 800 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$]*



CAR :

- près de la limite haute de l'épaisseur massique
- effets de la microstructure : plusieurs grains dans l'épaisseur du film

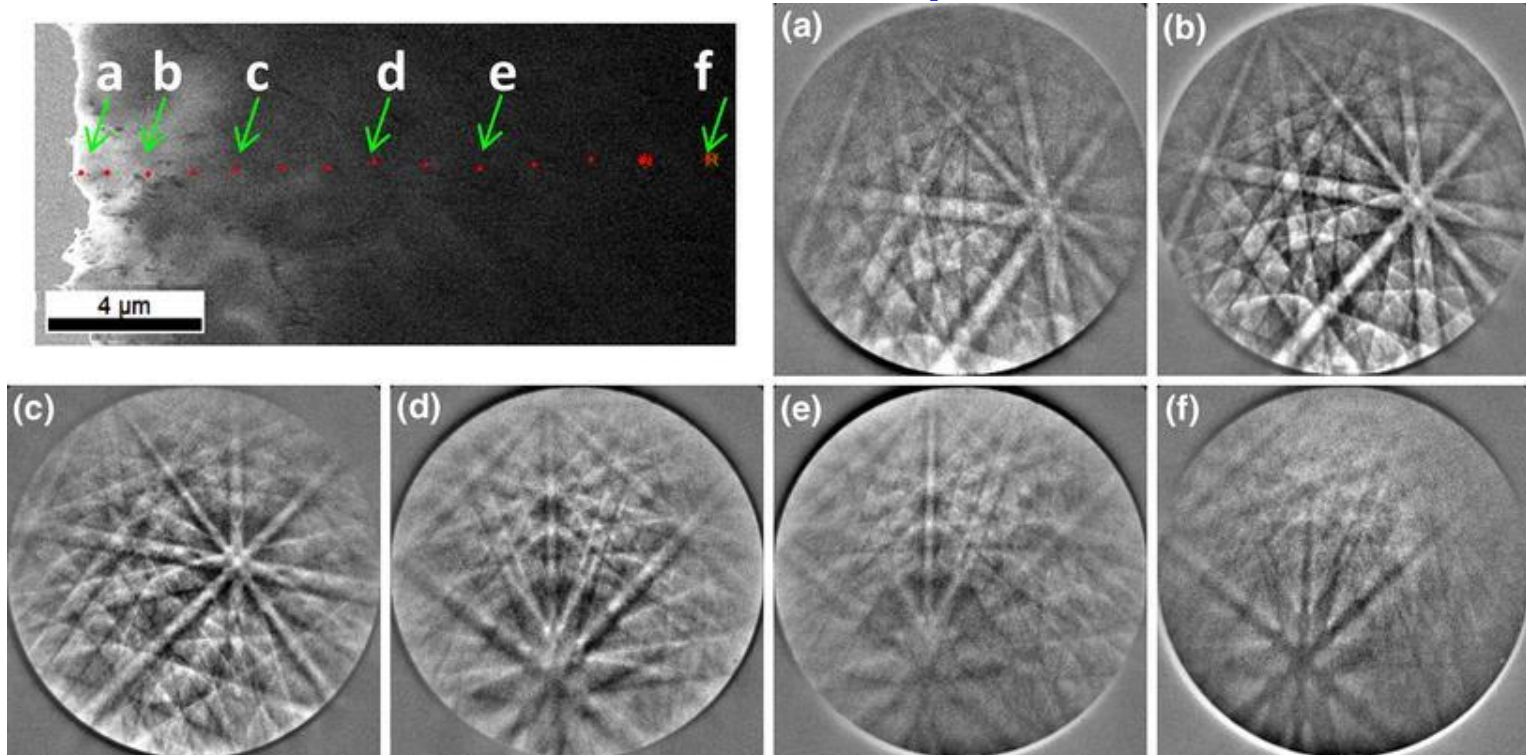
A noter :

La diffusion du faisceau d'e⁻ dégrade la résolution spatiale de l'analyse TKD/t-EBSD pour des films très épais.

TKD/t-EBSD :

Influence de l'épaisseur des échantillons sur la diffraction (1/2)

Lame mince d'un acier 8Cr Martensitique – TKD/t-EBSD à 25kV



La diffraction est bruitée pour les épaisseurs très faibles (a). Le signal de diffraction est ensuite optimal (b). Lorsque l'épaisseur augmente, le signal de diffraction se dégrade (c, d) jusqu'à son inversion (e, f)

→ Difficulté d'indexation pour les systèmes EBSD actuels car ils gèrent mal les fluctuations de signal et encore moins bien le signal de diffraction inversé.

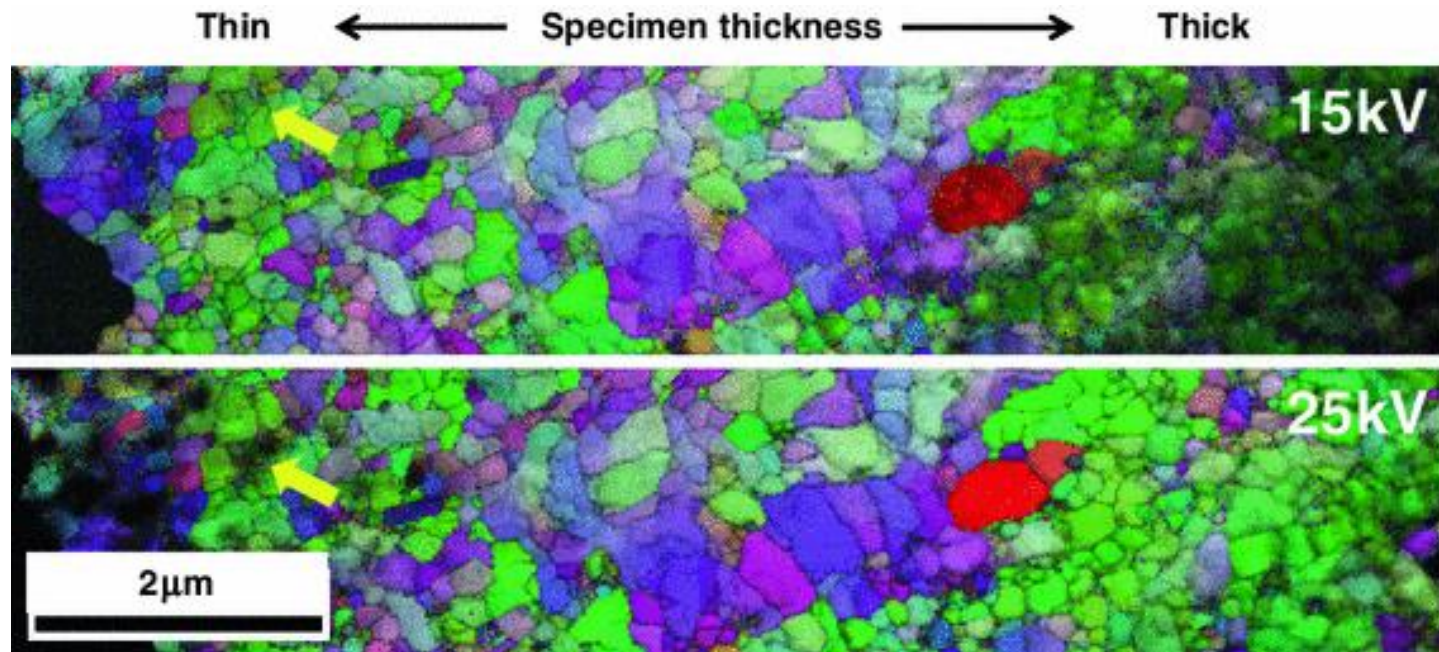
TKD/t-EBSD :

Effet de l'épaisseur des échantillons sur la diffraction (2/2)

Lame mince d'un acier 8Cr Martensitique

Cartographies IPF obtenues en TKD/t-EBSD à 15 et à 25kV

Influence de la tension d'accélération des électrons



- Le facteur de qualité du signal de diffraction varie en fonction de l'épaisseur de l'échantillon et de la haute tension.
- Plus l'échantillon est épais et plus il faut augmenter la haute tension.

Diffraction Kikuchi en Transmission MEB

Exemple : Alliage Aluminium

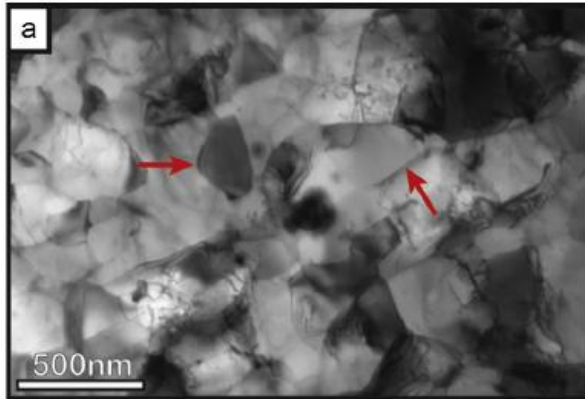
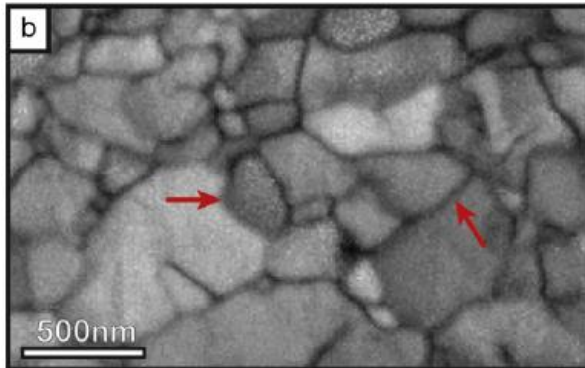
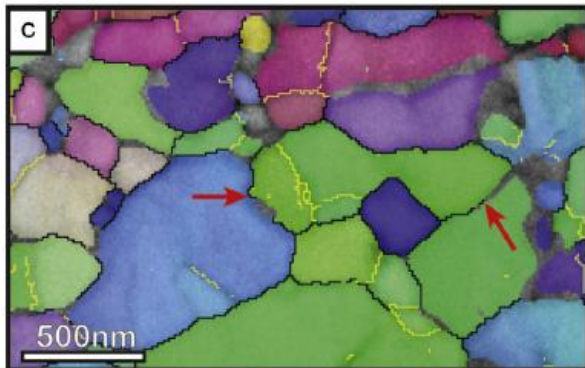


Image **STEM** champ clair au MEB

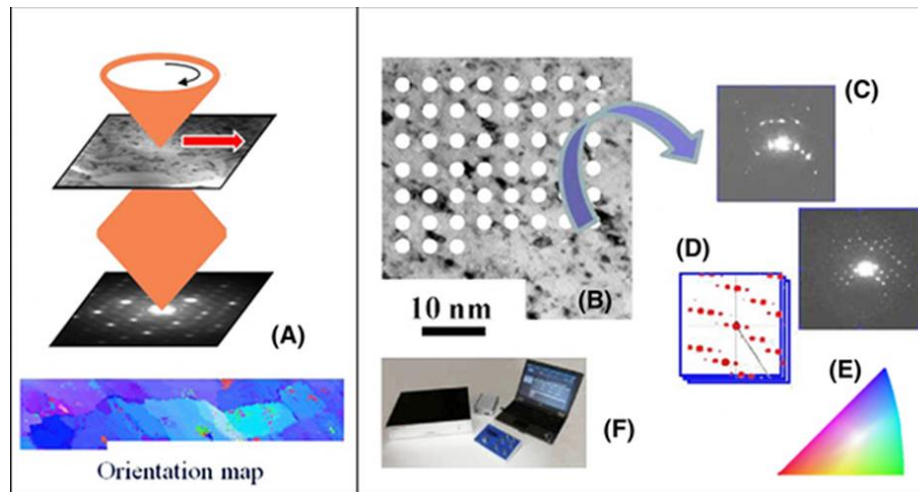


t-EBSD/TKD (pas 10 nm) :
cartographie du paramètre « qualité du cliché EBSD »



t-EBSD/TKD (pas 10 nm) :
cartographie d'orientation des grains

- « Precession-Assisted Crystal Orientation Mapping » ou PACOM (logiciel ASTAR) est une technique utilisée en MET – développement Edgar Rauch (Grenoble INP – SIMaP/GPM2) –
- Indexation des clichés de diffraction / cartographie des orientations. Vocation similaire au TKD/t-EBSD



- Fonctionne sur n'importe quel MET ayant un hublot avec écran phosphorescent.
- Lame MET analysée - épaisseur maxi plusieurs centaines nm
- Dimension max. typiques des cartographies : 15 μm de côté (pas 20-30 nm)
- Résolution spatiale 2-3 nm. Résolution angulaire standard 0,8°
- Vitesse d'acquisition typique : 50 et 100 img/s (200 img/s max)

- J.A. Small, J.R. Michael, D.S. Bright, **Journal of Microscopy** 206 (2002) 170.
- S. Zaefferer, **Ultramicroscopy** 107 (2007) 254.
- D. Drouin, A.R. Couture, D. Joly, X. Tastet, V. Aimez, R. **Scanning**, 29 (2007) 92.
- R. Geiss & R. Keller, *Transmission EBSD for Characterization of Nanomaterials in the Scanning Electron Microscope* : **workcast.net**, NIST.
- R.R. Keller, R.H. Geiss, **Journal of Microscopy**, 245 (2012) 245.
- P. Trimby, **Ultramicroscopy**, 120 (2012) 16.
- K.P. Rice, R.H. Geiss, R.R. Keller, *Transmission electron backscatter diffraction in the SEM: specimen thickness effects* : **2013 FCMN**, NIST, Gaithersburg, MD, USA (2013)
- R.R. Keller, NIST, **Microscopy and Microanalysis Webinar** (2013).
- S. Suzuki , JOM, 65 (2013) 1254.
- D. Viladot et al., **Journal of Microscopy**, 252 (2013) 23.
- P. Moeck et al., **Cryst. Res. Technol.**, 46 (2011) 589.

- Florence Robault
- GN-MEBA
- Et vous tous pour votre attention

