



---

# EBSD en transmission ou TKD dans le MEB

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

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



- Cette technique a 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<sup>er</sup> résultats, d'autres équipes de recherche ainsi que les constructeurs de systèmes EBSD se sont intéressés à cette technique.
- Trois appellations pour une même technique (32 références) :
  - **TKD pour Transmission Kikuchi Diffraction**  
(dénomination la plus juste mais dont l'acronyme existe déjà dans d'autres domaines scientifiques – 942 résultats dans Web of Science)
  - **t-EBSD pour Transmission EBSD**  
(dénomination la moins juste, mais la plus parlante – 10 résultats dans WoS)
  - **t-EFSD pour Transmission Electron Forward Scatter Diffraction**  
(dénomination la plus consensuelle, mais la moins utilisée – 5 résultats dans WoS)

# Diffraction Kikuchi en Transmission dans le MEB

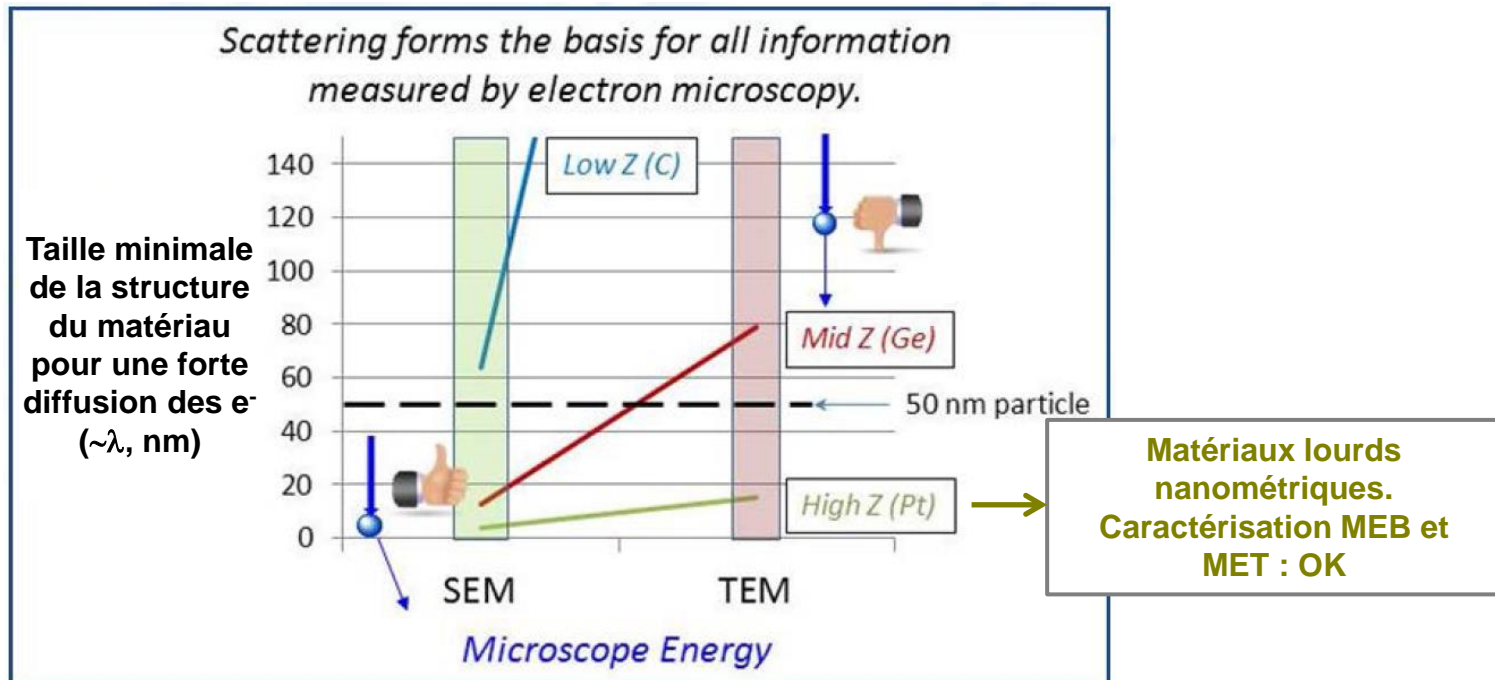
Quel intérêt ? La caractérisation des nano-matériaux

- 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  $e^-$  :

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

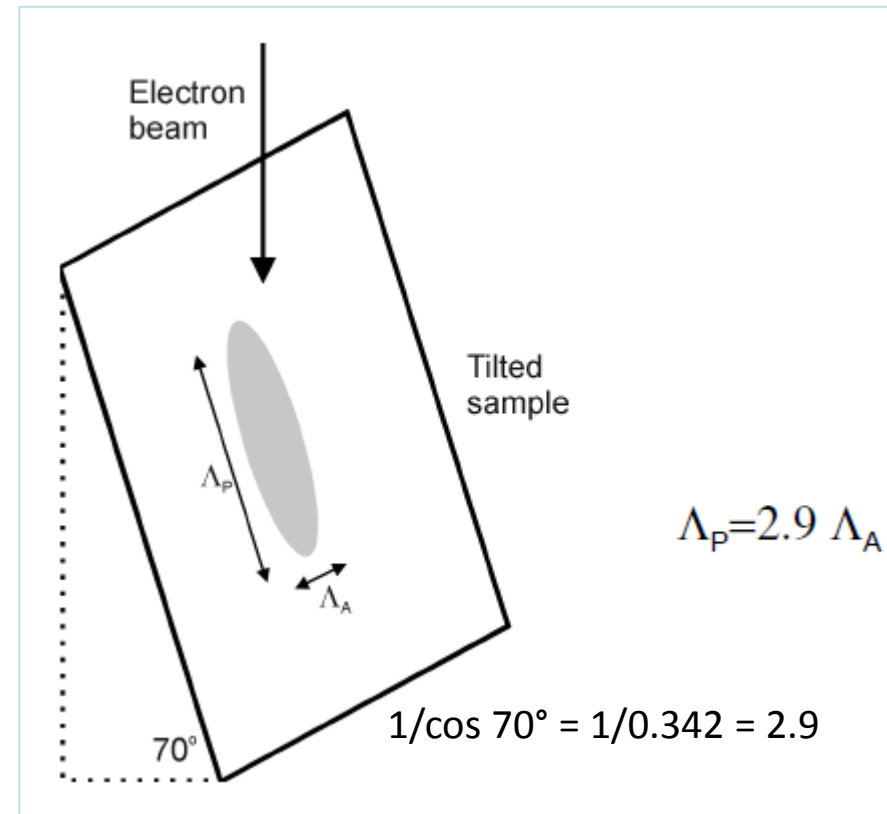
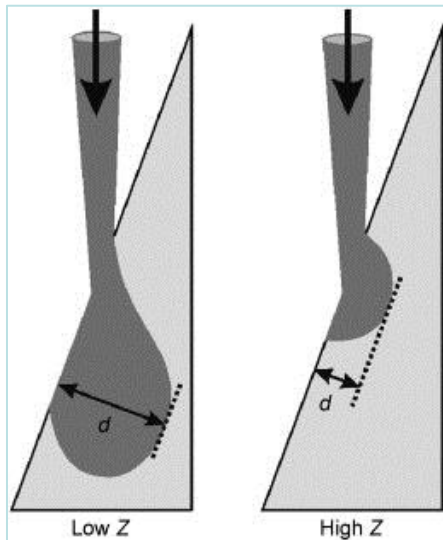
$$\lambda \uparrow \text{ avec } 1/Z^2, E_{e^-}^2$$



# EBSD conventionnel

## Résolution spatiale

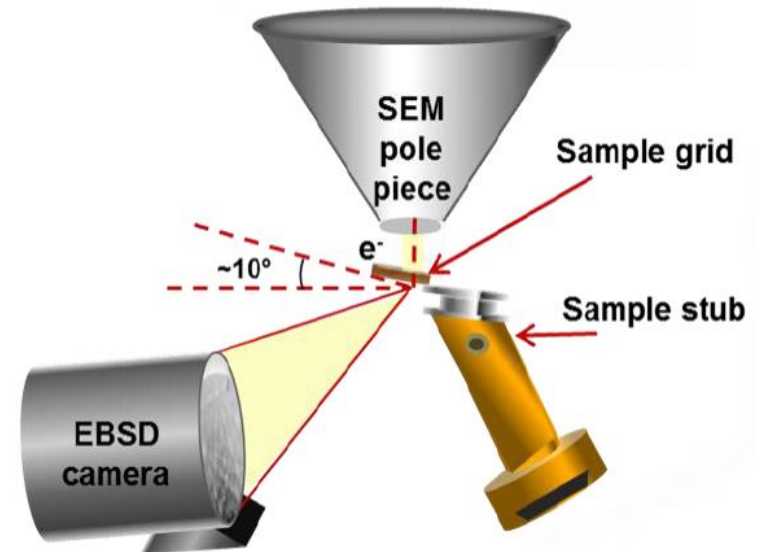
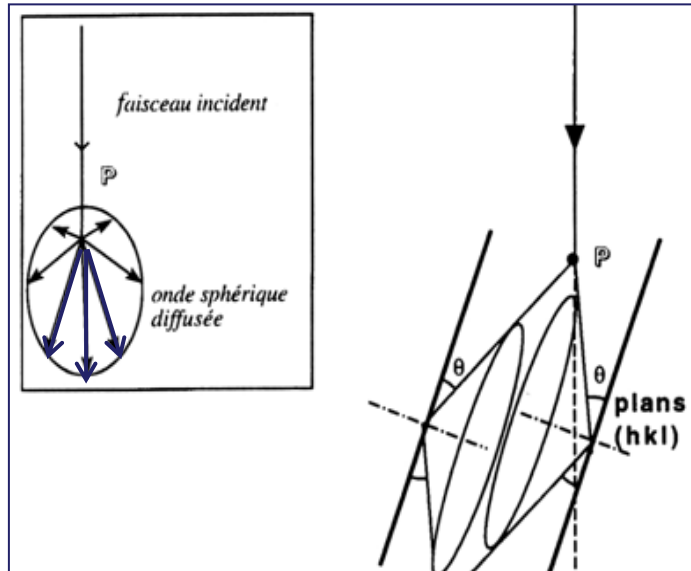
- Echantillon massif <sup>1</sup> :  
 $\Lambda_A \sim 20 \text{ nm}$  // axe de tilt  
 $\Lambda_P \sim 60 \text{ nm}$   $\perp$  axe de tilt
- Particules isolées <sup>2</sup> :  
 $\Lambda \sim 120 \text{ nm}$  (Fe-Co)



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

## Résolution spatiale

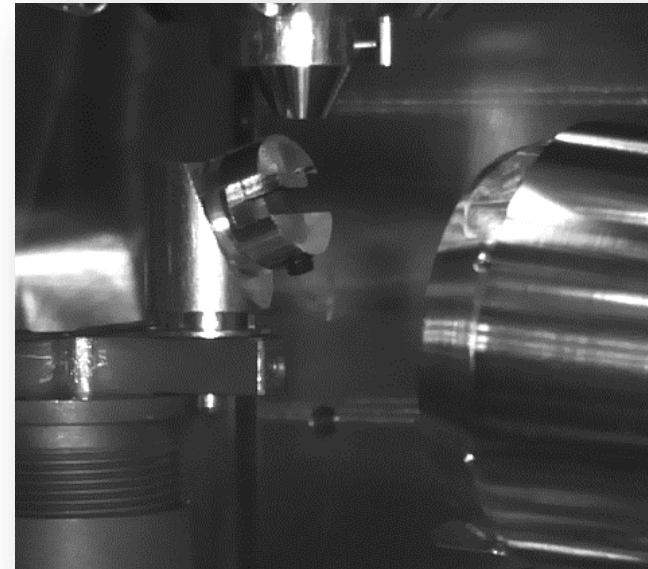
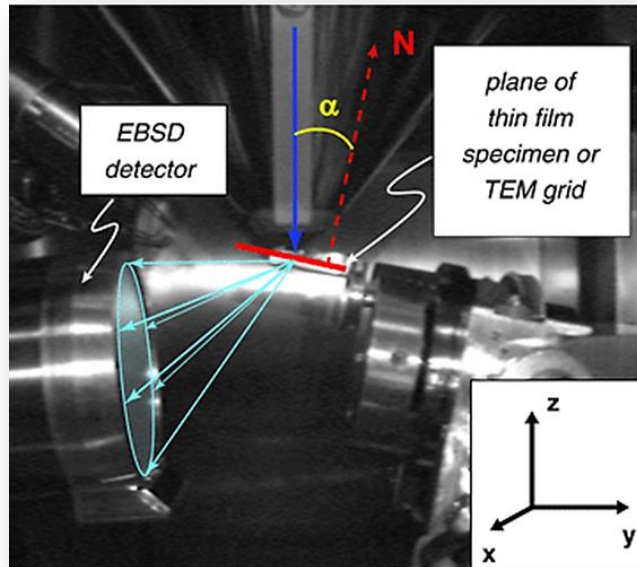
- La diffraction Kikuchi en transmission dans le MEB (TKD) est une technique de mesure automatisée des orientations cristallines avec une résolution spatiale  $\sim 10$  fois supérieure à l'EBSD.<sup>1</sup>



## 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.

## Mise en œuvre des échantillons



- 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 :  $0^\circ$  à  $40^\circ$  (jusqu'à  $45^\circ$ ) à l'opposé de l'écran EBSD
- **Système EBSD commercial**
- Pattern center :  $\sim$  haut de l'écran EBSD (WD  $\sim$  3 à 12 mm)
- $E_{e^-}$  : 15 à 30 kV • I : 200 pA à 10 nA
- Dwell time : *idem* pour EBSD conventionnel

# Comparatif EBSD et TKD

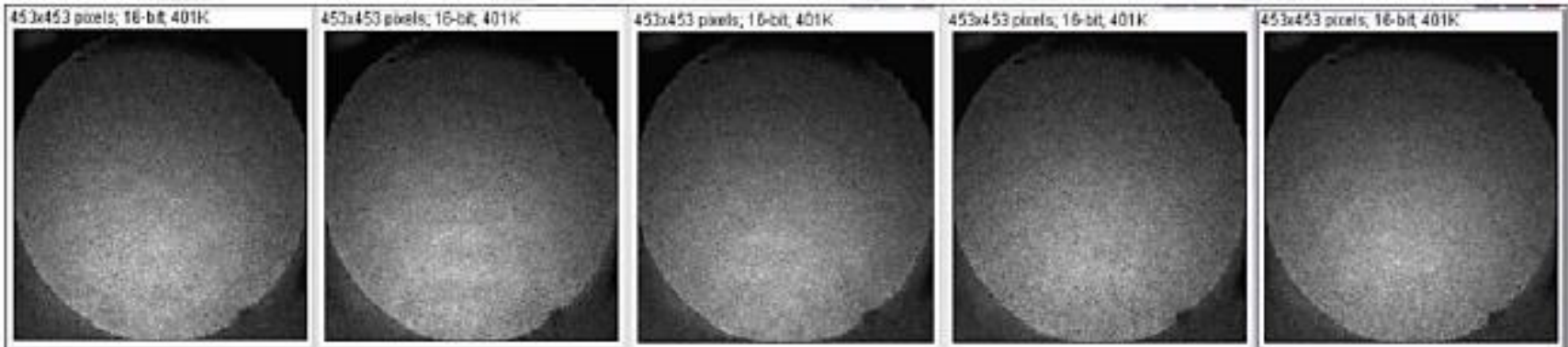
## Exemple (1/3)

Ni 40 nm

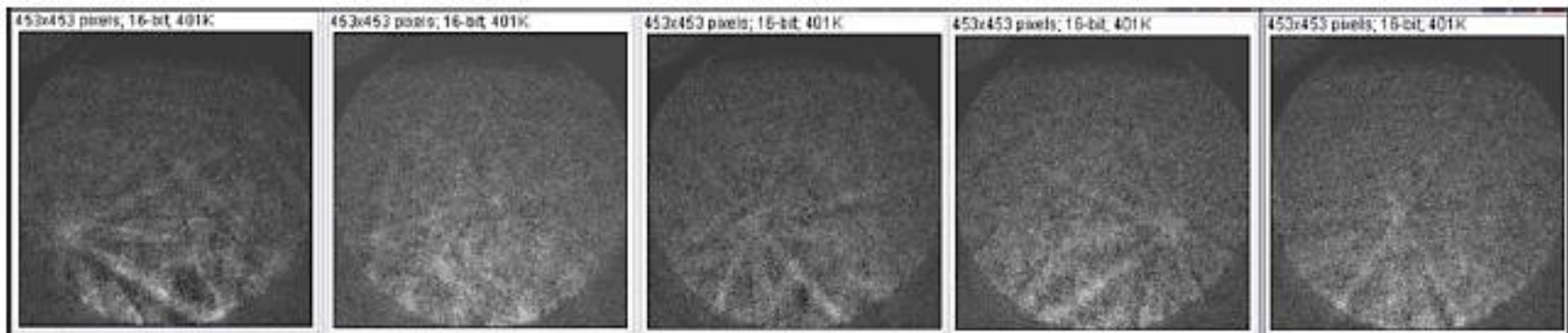
Ta 2,5 nm

Membrane Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 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

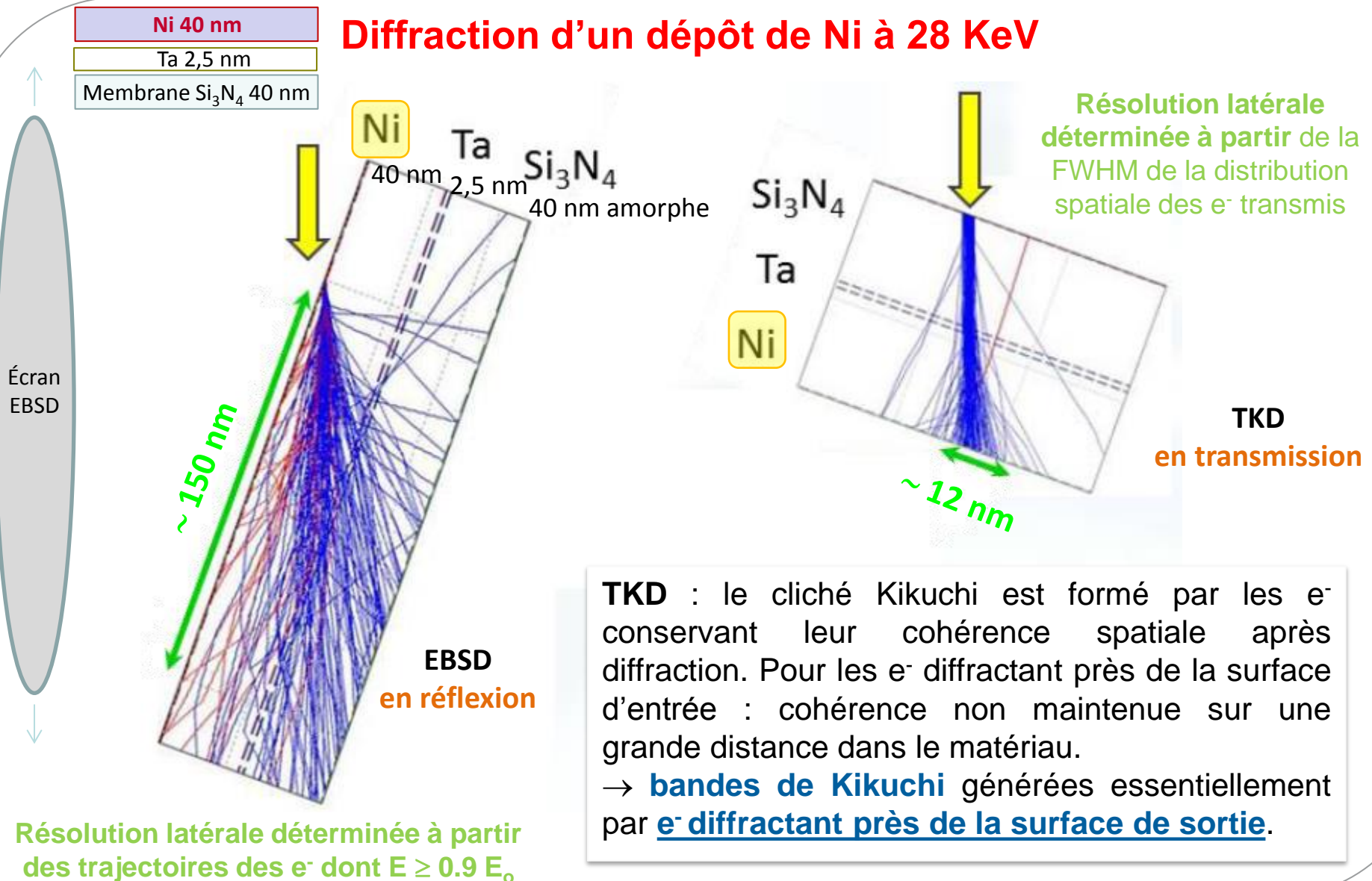


Analyse TKD en plusieurs points (pas : 20 nm) : clichés *structure* Ni indexables

# Comparatif EBSD et TKD

## Exemple (2/3)

### Diffraction d'un dépôt de Ni à 28 KeV



# Comparatif EBSD et TKD

## Exemple (3/3)

Ni 40 nm

Ta 2,5 nm

Membrane Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 40 nm

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

- **EBSD (réflexion) :**

- $\emptyset$  de sortie des e<sup>-</sup> rétrodiffusés quasi-élastiques  
( $E \geq 0.9 E_0$  : e<sup>-</sup> contribuant le plus fortement à la formation des EBSP)
- ~ **50 nm** (//axe de tilt) x **150 nm** ( $\perp$  axe de tilt)

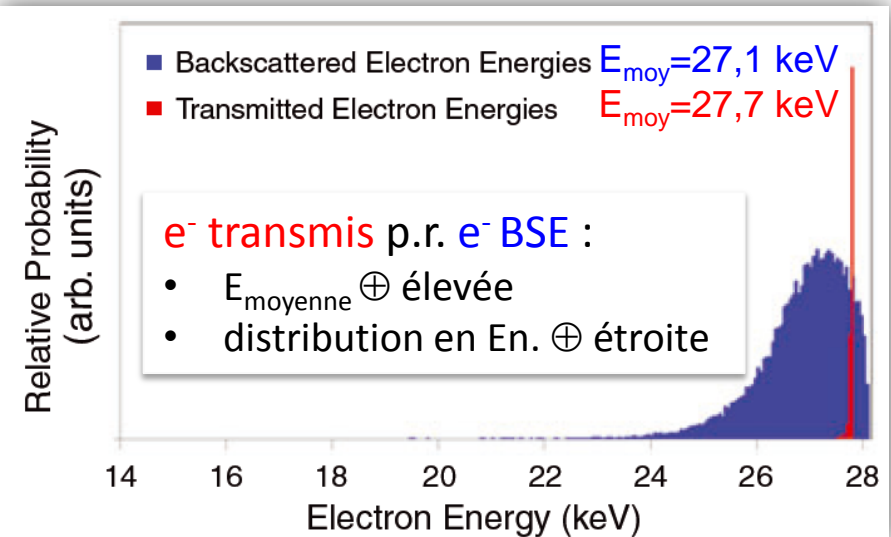
- **TKD (transmission) :**

- **FWHM** de la distribution spatiale des e<sup>-</sup> transmis
- ~ **12 nm** dans les 2 directions (influence du tilt négligeable)

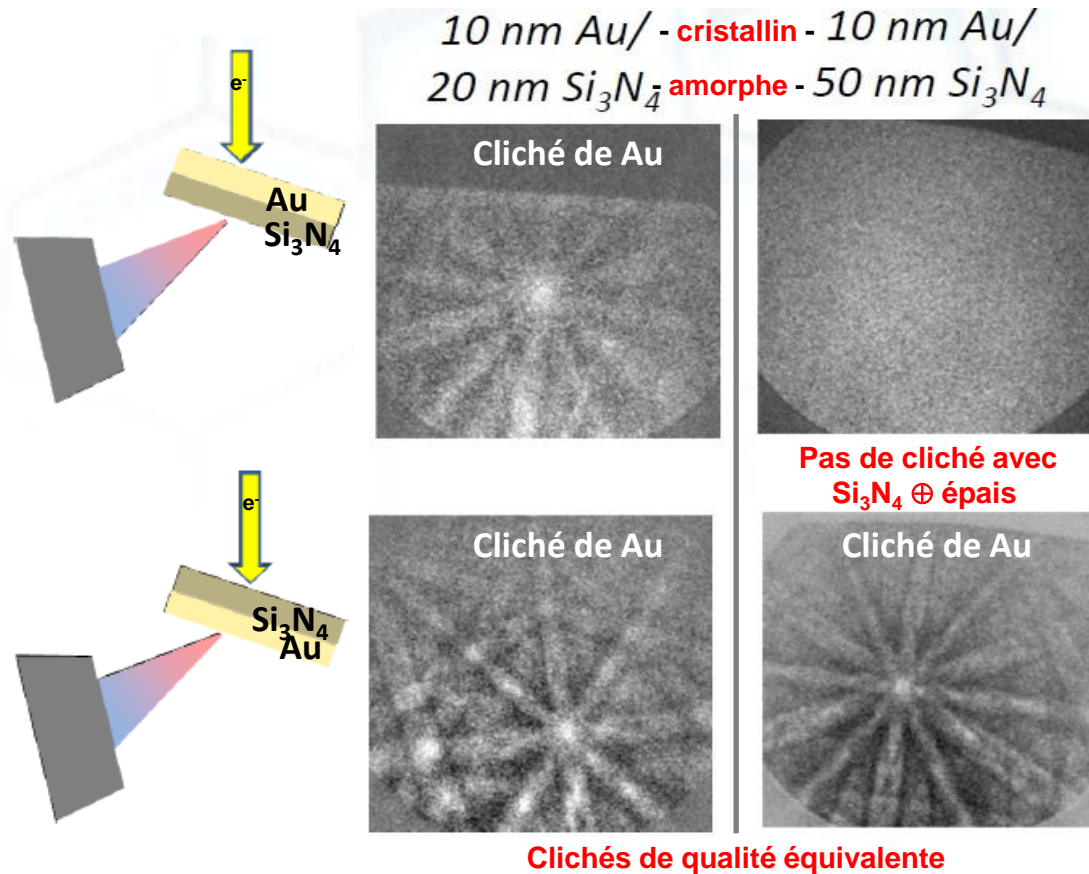
*Résultats cohérents  
avec les résultats expérimentaux  
sur cet échantillon*

Détection des bandes de Kikuchi en transmission :

- Volume d'interaction des e<sup>-</sup> réduit
- Amélioration de la résolution spatiale latérale d'un ordre de grandeur



## Exemple 1



### Conclusion :

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

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

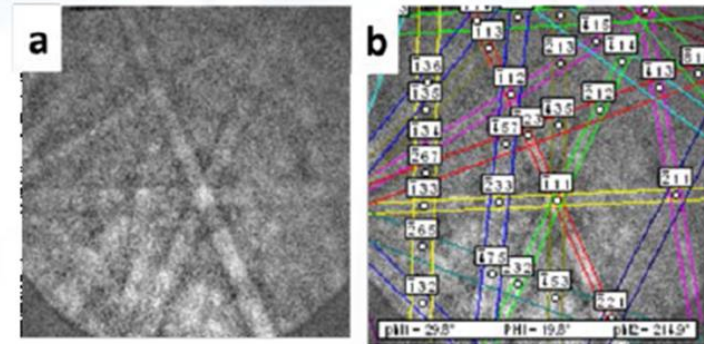
## Exemple 2

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

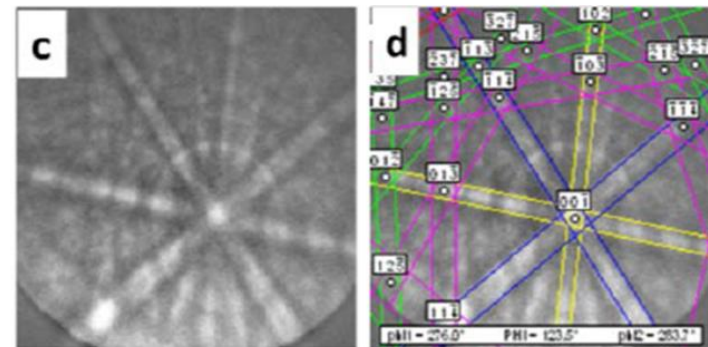
→ Analyse TKD possible pour les échantillons dont la **taille des grains < épaisseur du film**

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

## Caractérisation possible de films ultra-minces



Pattern from HfO<sub>2</sub> films of thickness 10 nm.

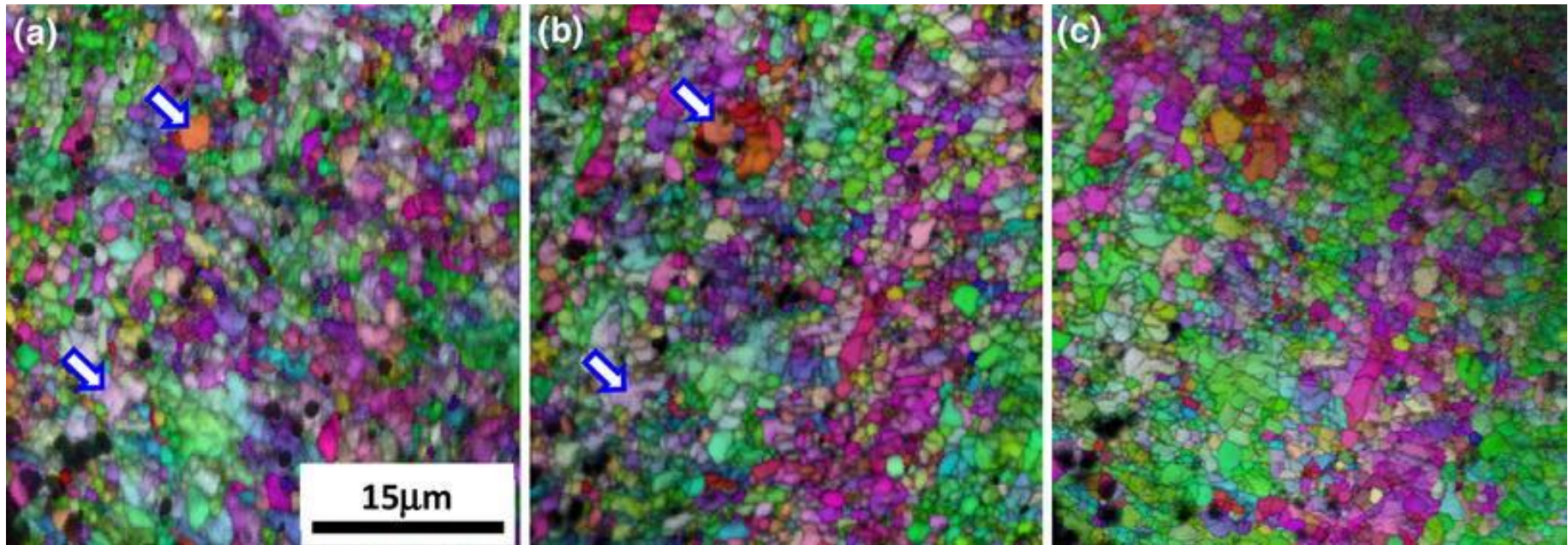


Pattern from HfO<sub>2</sub> films of thickness 5 nm.

## Exemple 3

**Les e<sup>-</sup> participant à la formation des bandes de Kikuchi sont issus d'une profondeur très proche de la surface de sortie du matériau cristallin.**

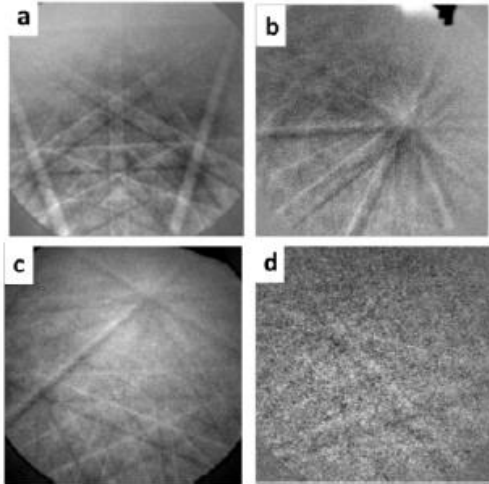
Selon le type d'échantillon (ici un acier 8Cr Martensitique) et si son épaisseur reste stable (entre 100 et 400 nm), la superposition de grains ne pose pas réellement de problèmes.



EBSD face supérieure

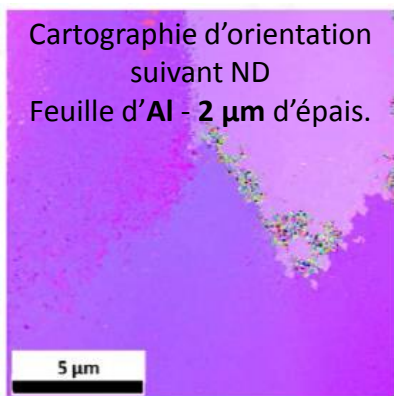
EBSD face inférieure

TKD



Patterns from thick Al foils:

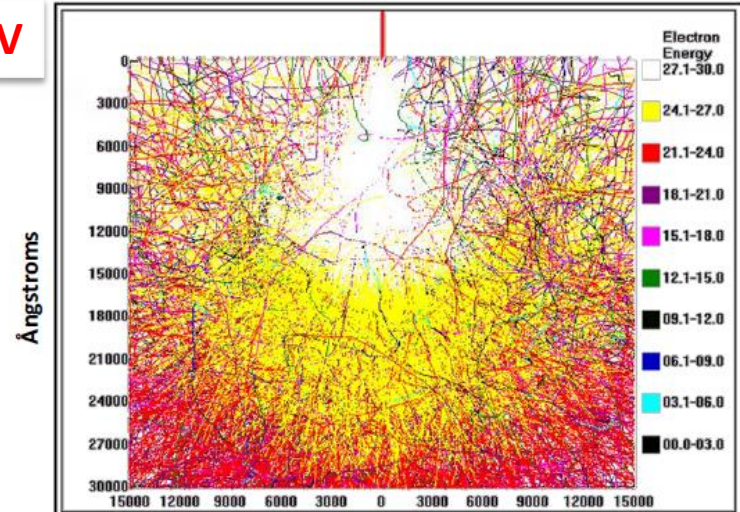
- (a) 800 nm,
- (b) 1.5 μm,
- (c) 2 μm,
- (d) 3 μm



$E_0 = 30 \text{ keV}$

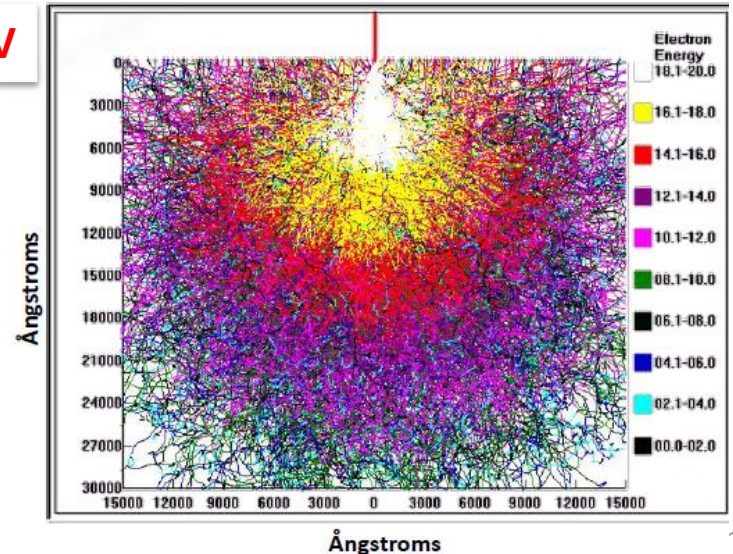
Beaucoup d'e<sup>-</sup> ayant perdu peu d'énergie (en rouge)  
Certains sortant de l'échantillon

## Film Al épaisseur 3 μm

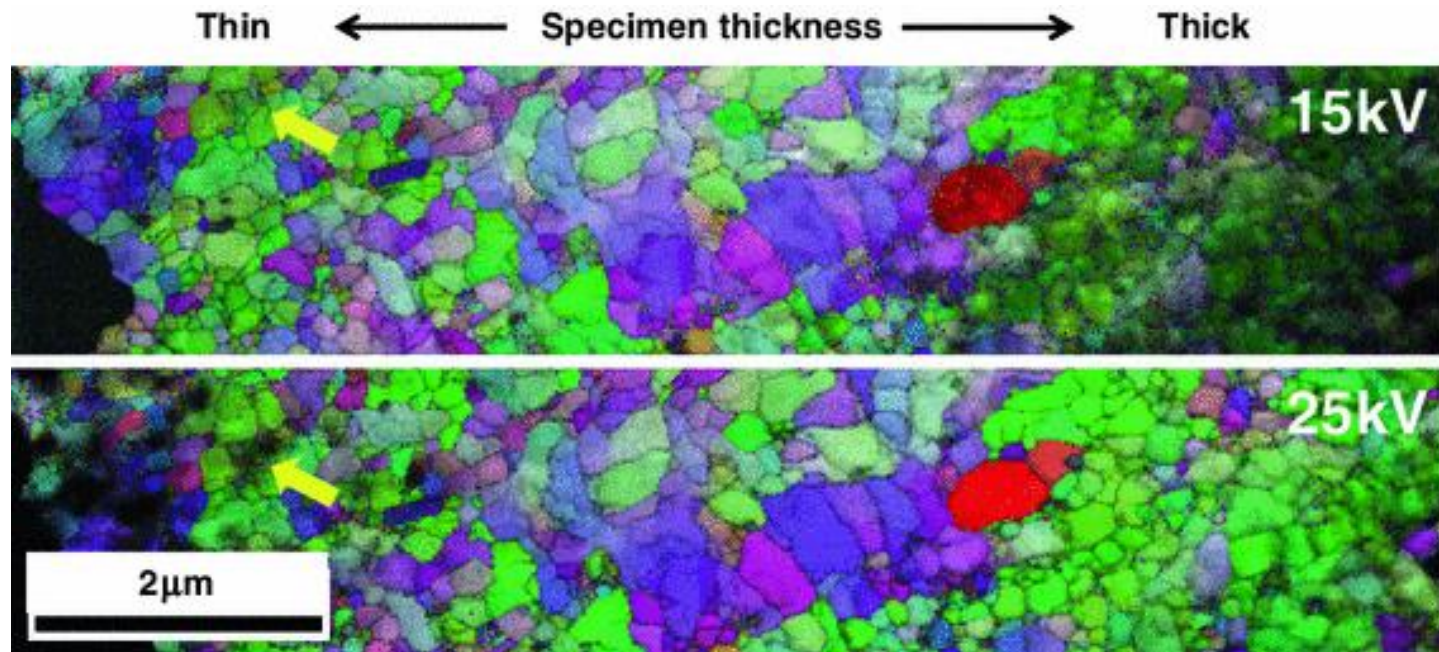


$E_0 = 20 \text{ keV}$

Peu ou pas d'e<sup>-</sup> sortant de l'échantillon

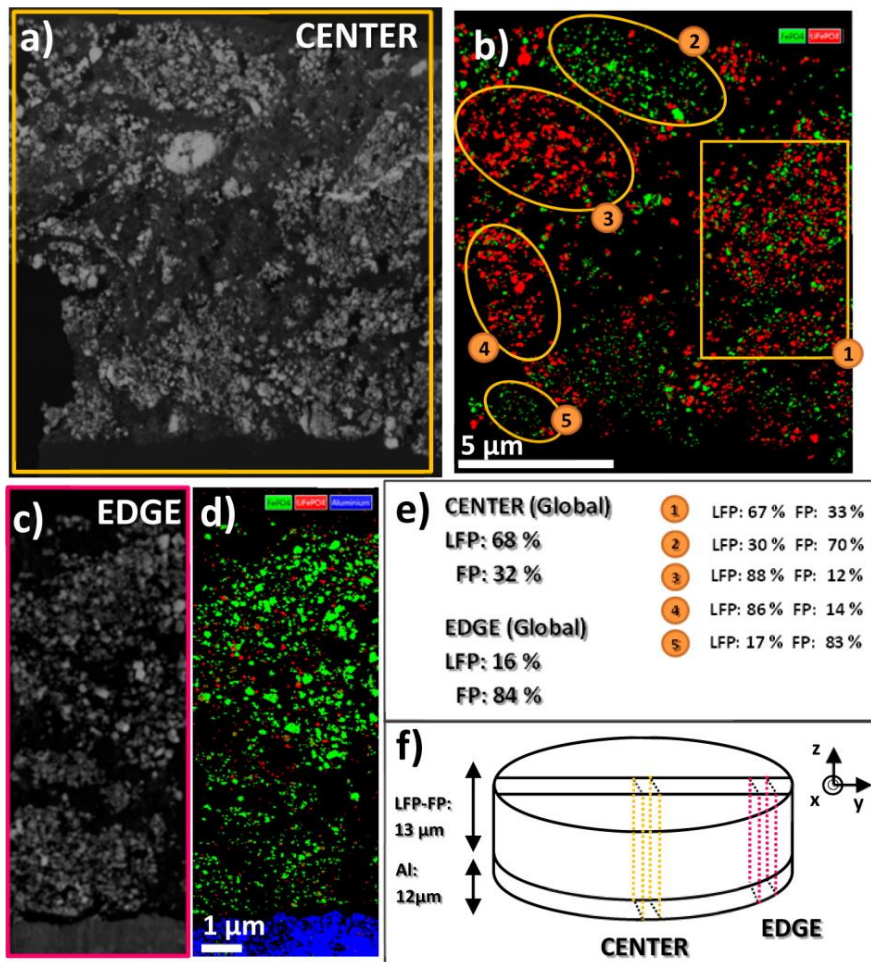


## Lame mince d'un acier 8Cr Martensitique Cartographies IPF obtenues en TKD à 15 et à 25kV Influence de la tension d'accélération des électrons

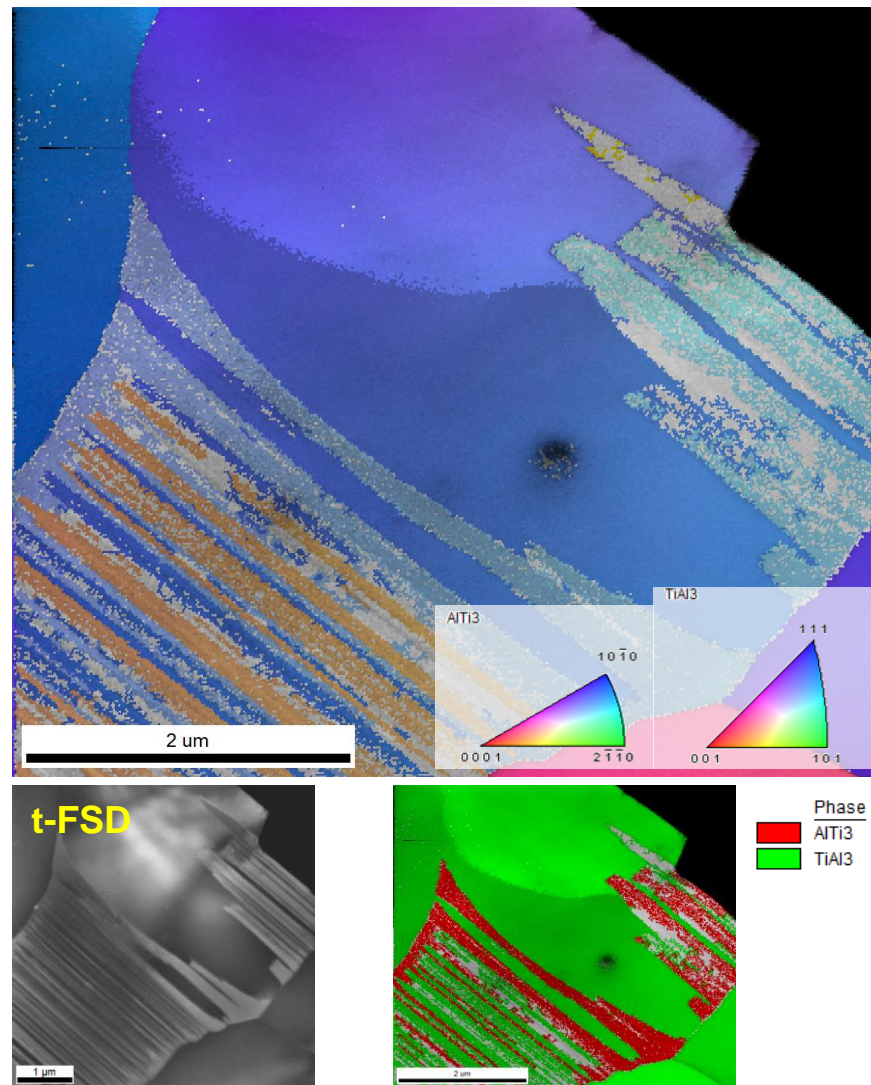


- Le facteur de qualité du signal de diffraction varie en fonction de l'épaisseur de l'échantillon et de la haute tension.
- Plus l'échantillon est épais et plus il faut augmenter la haute tension.

## Analyse de batteries Li-ion



## Analyse de lames TEM



- **Florence Robault**
- **GN-MEBA et la SFμ**
- **Et vous tous pour votre attention**

