

HR-EBSD des origines aux derniers développements

GN MEBA 05/12

Dominique Loesnard



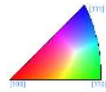
Sommaire

- A quoi correspond l'HR-EBSD ?
- Pourquoi utiliser cette technique ?
- Quelles ont été les évolutions de l'HR EBSD ?
- Quel peut être l'ordre de grandeur des erreurs ?
- Y a-t-il des différences entre les algorithmes de corrélation ?
- Comment peut-on contrôler la justesse des mesures ?
- Peut-on analyser d'autres composantes que les contraintes planes ?

A quoi correspond l'HR-EBSD ?

L'HR-EBSD (HR pour haute résolution angulaire) c'est une technique dérivée de l'EBSD classique.

Elle ne s'intéresse pas à l'orientation locale ; elle cherche à caractériser des déformations au sein de la microstructure de matériaux cristallins.



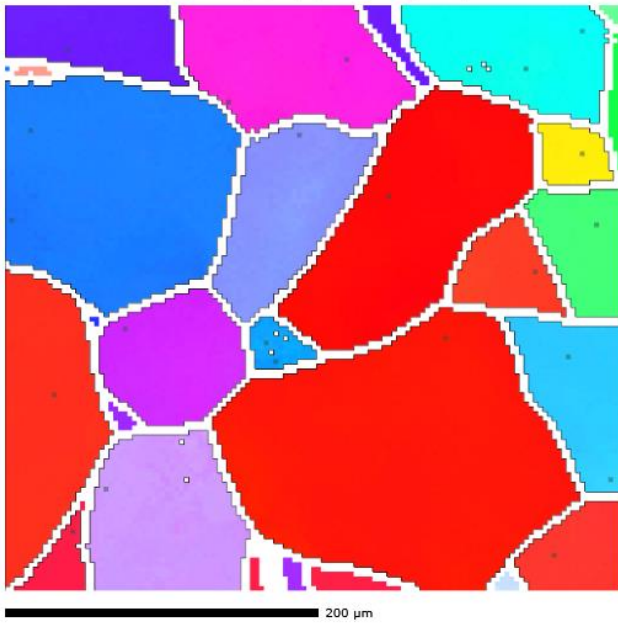
Les déformations locales ont deux origines :

la distorsion élastique de la maille cristalline

la plasticité liée à la présence des dislocations.

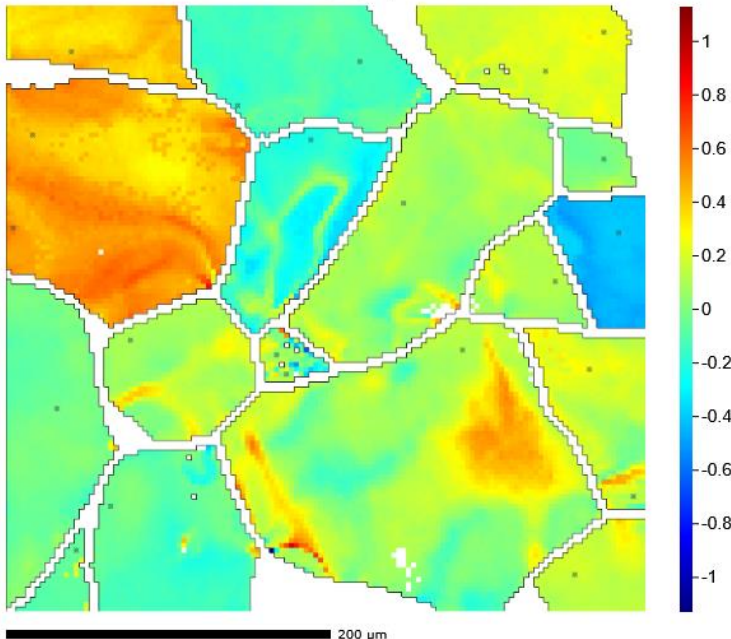
Les mesures des déformations permettent d'estimer les contraintes et les densités des dislocations à l'échelle micronique.

0,0,1 IPF at (105,112) is (0.0634,0.0108,0.9979)



EBSD classique

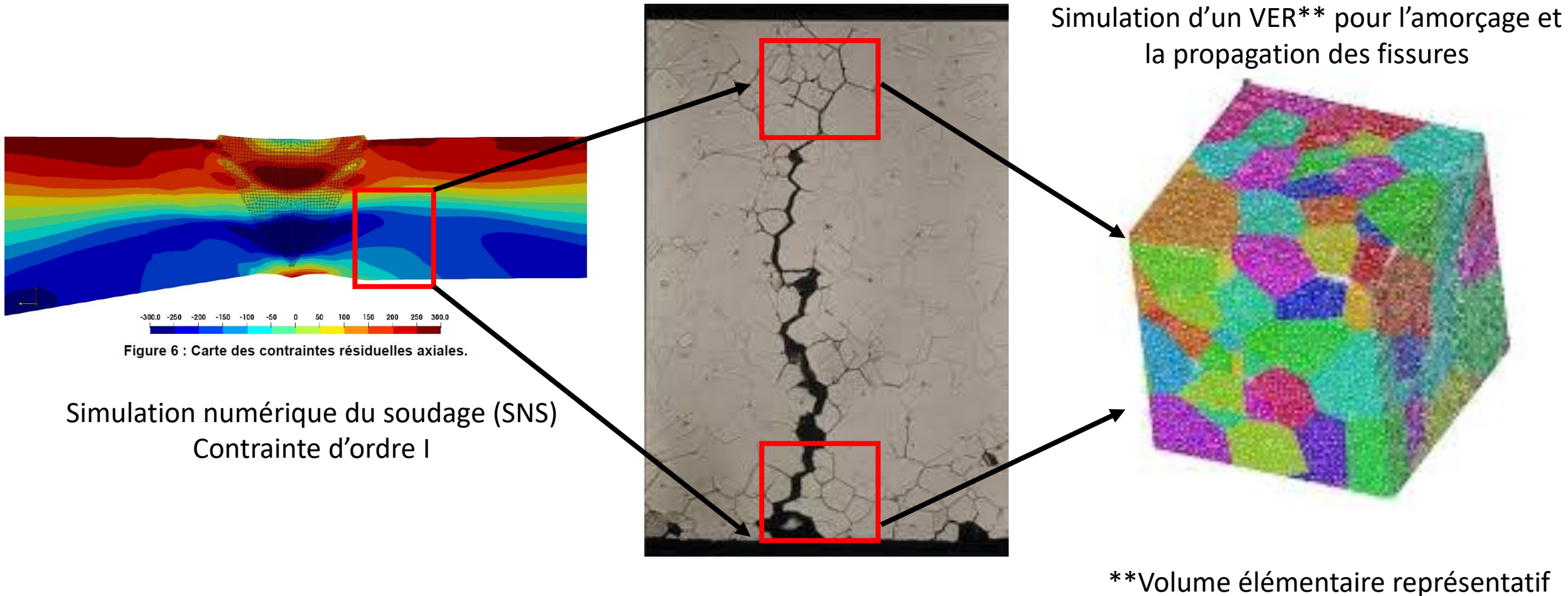
σ_{12} Stress [GPa] Map



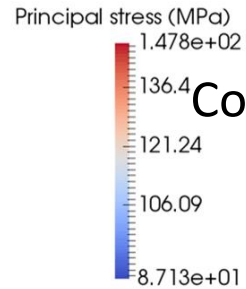
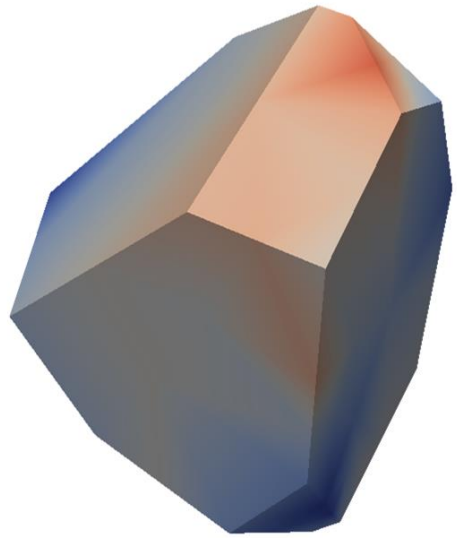
Pourquoi mesurer les gradients de déformation locale ?

La corrosion sous contrainte (CSC)* est un endommagement qui est piloté par les contraintes à trois échelles différentes.

Les contraintes à l'ordre I sont estimées par les calculs (SNS). Nécessité de vérifier expérimentalement cette estimation.



Modèle local de la CSC

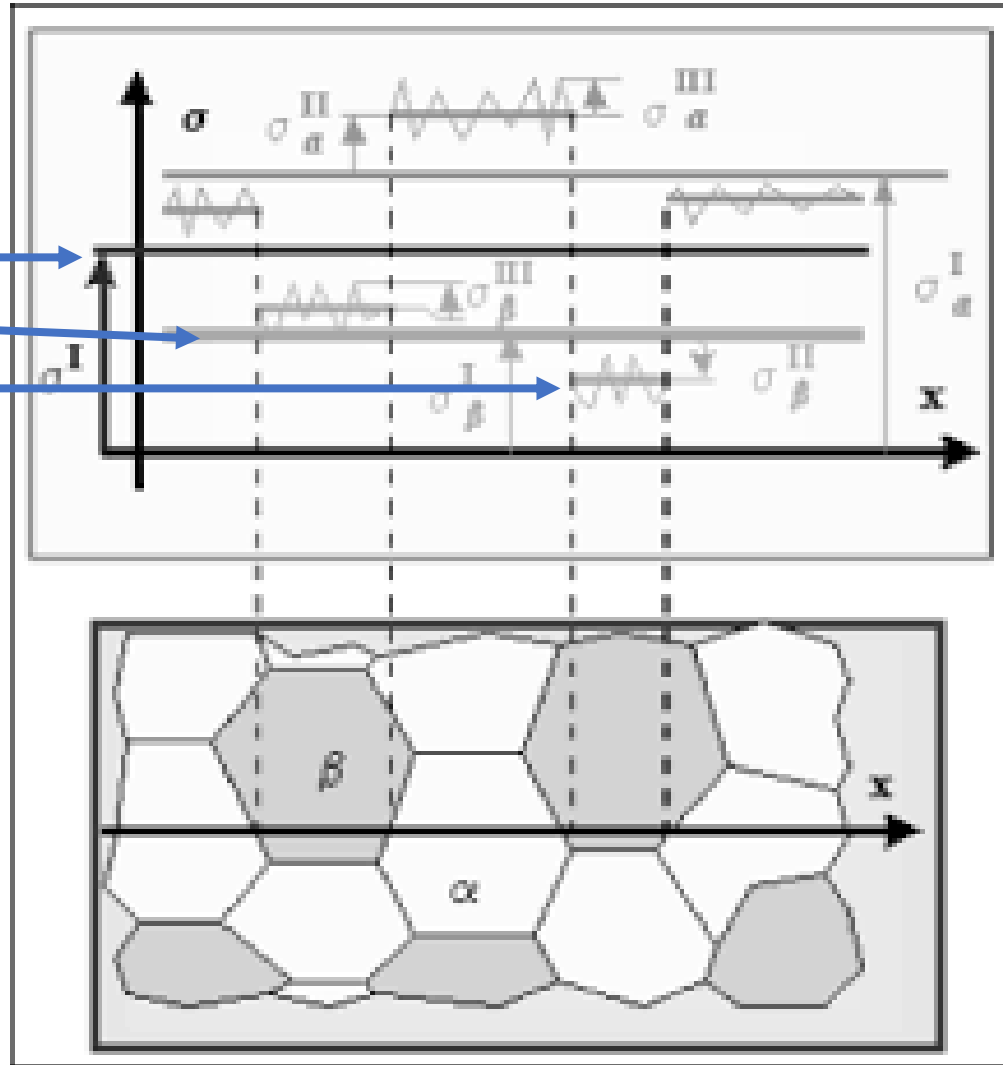


Contraintes aux trois échelles :

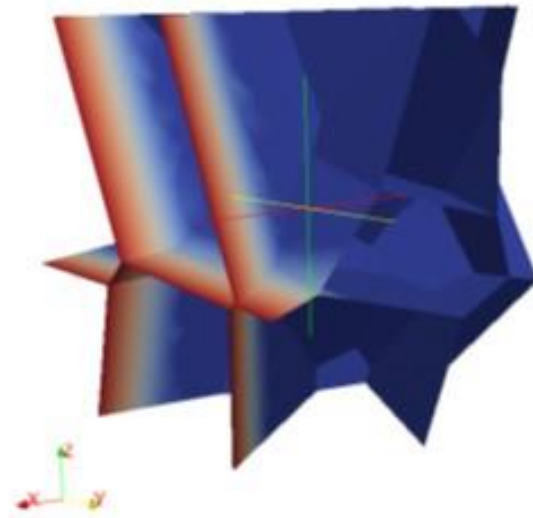
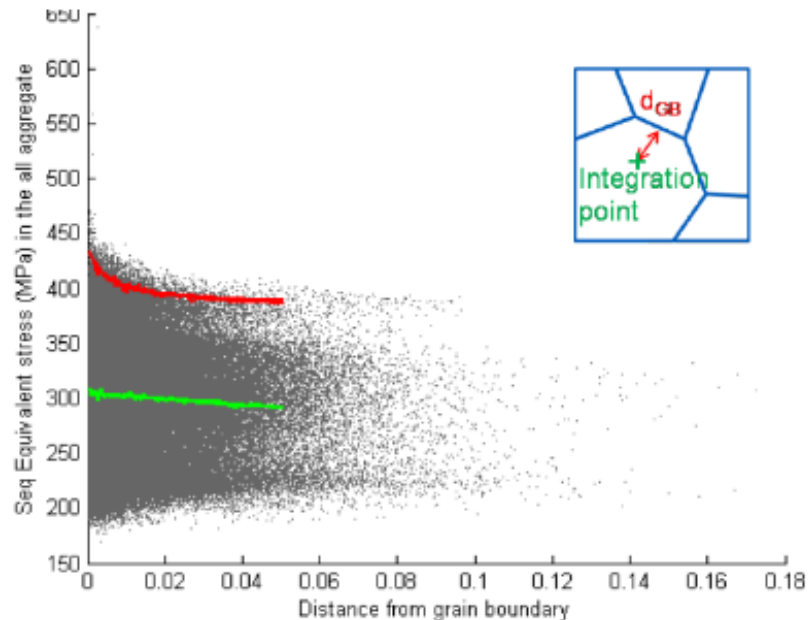
Ordre I, le composant

Ordre II, le VER

Ordre III, dans le grain



Probabilité de rupture des joints des grains oxydés.



Pourquoi les mesures obtenues par HR-EBSD sont-elles plus intéressantes que celles obtenues par DRX ?

Il y a deux types de contraintes :

Les macro-contraintes

Elles sont uniformes sur de longues distances.

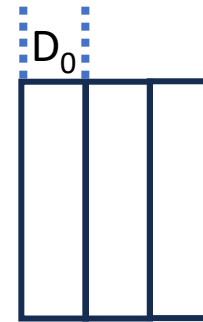
Elles forment un décalage du pic de Bragg uniforme.

Les micro-contraintes

Elles varient d'un grain à l'autre au sein de la microstructure.

Elles ne forment pas de pic uniforme mais **un élargissement**.

Maille cristalline hors contrainte

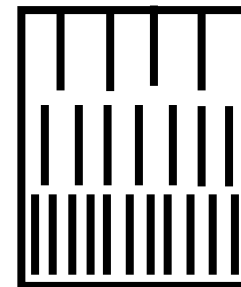


D_0



D_1

Maille déformée uniformément

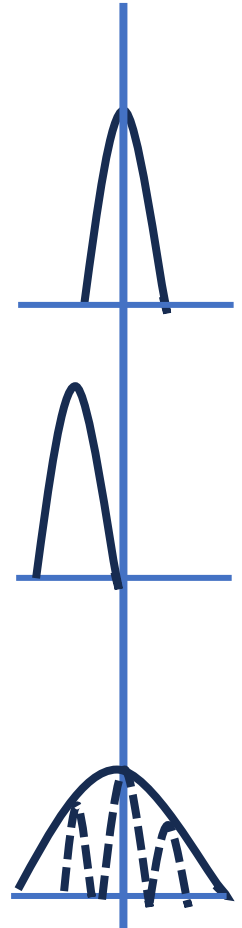


Ligne de diffraction

DRX

HR EBSD

Déformation non uniforme dans les grains



Comment mesurer les gradients de déformation locale ?

Les mesures des contraintes à l'ordre I par DRX sont fiables uniquement en **l'absence de texture** et si la taille moyenne **des grains est inférieure à $100\mu\text{m}$** .

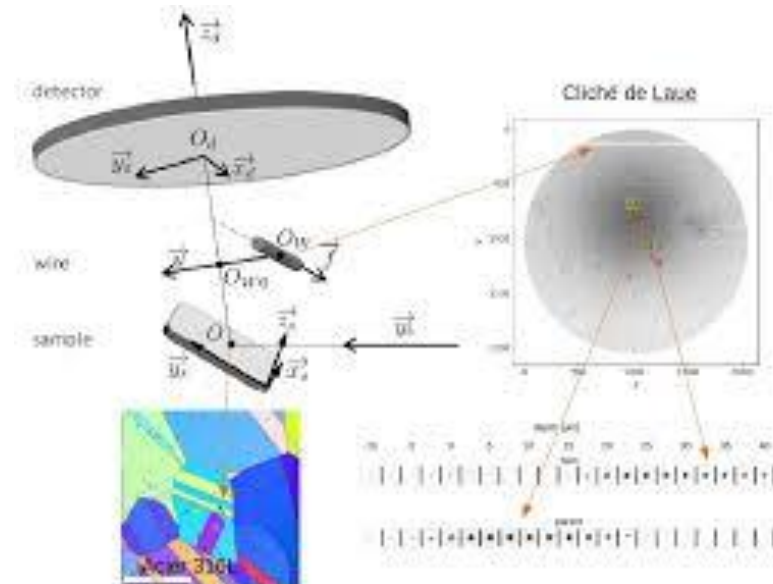
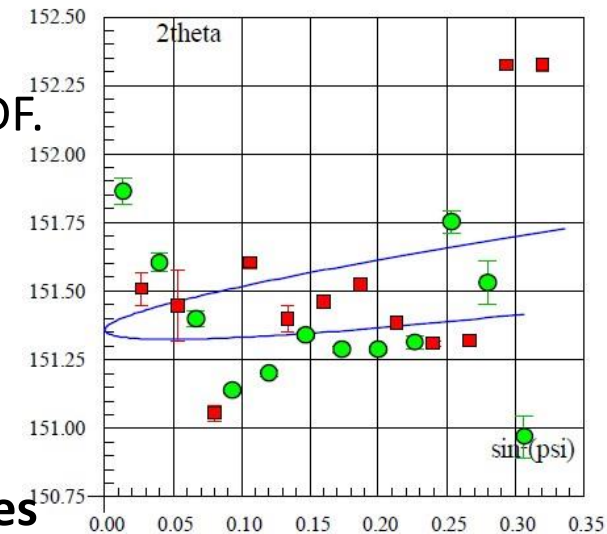
Ces deux conditions sont très rarement remplies pour les matériaux des composant d'EDF.

L'accès au synchrotron ne permet pas de mesure routinière.

Les mesures au MET ne permettent pas de couvrir des champs supérieurs à quelques microns.

L'HR-EBSD est accessible au laboratoire.

C'est la seule technique qui permet à la fois, de couvrir des champs multi-millimétriques et de mesurer les contraintes aux ordres II et III.



Historique de l'HR EBSD.

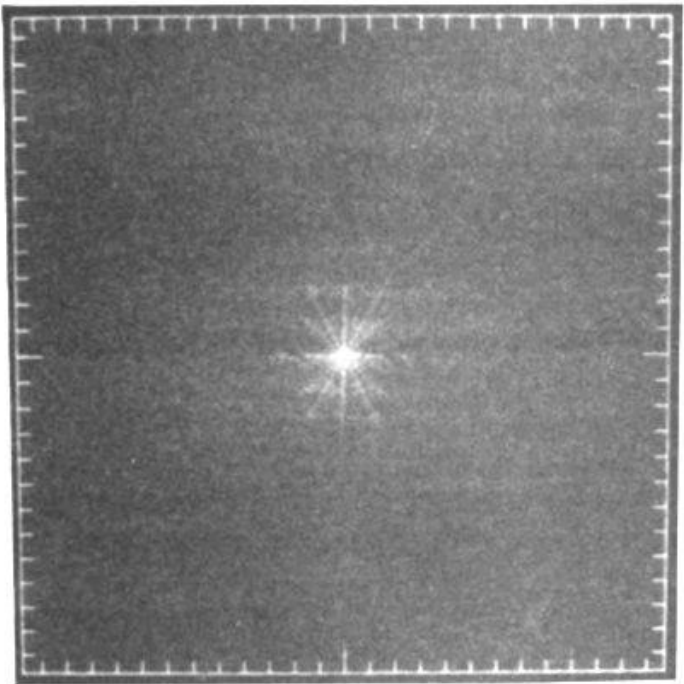
A. J. Wilkinson
D. J. Dingley

K. Z. Troost
P. van der Sluis
D. J. Gravestijn

A. J. Wilkinson

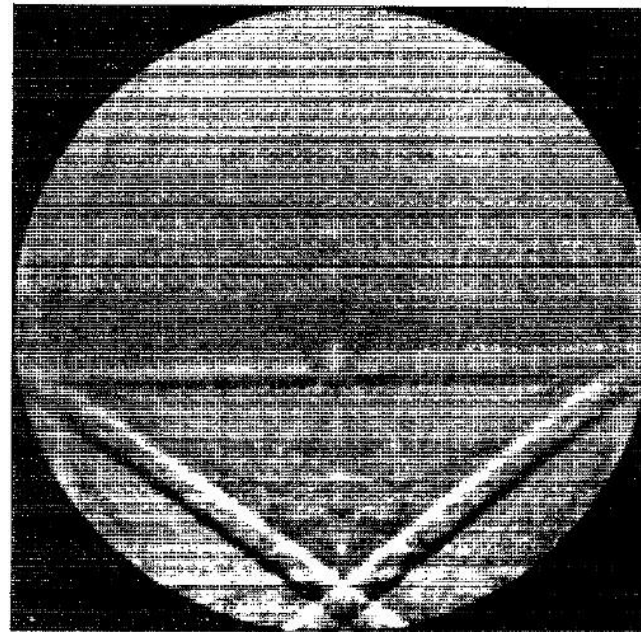
1991

Quantification de la déformation plastique.
Usage de la transformée de Fourier.



1993

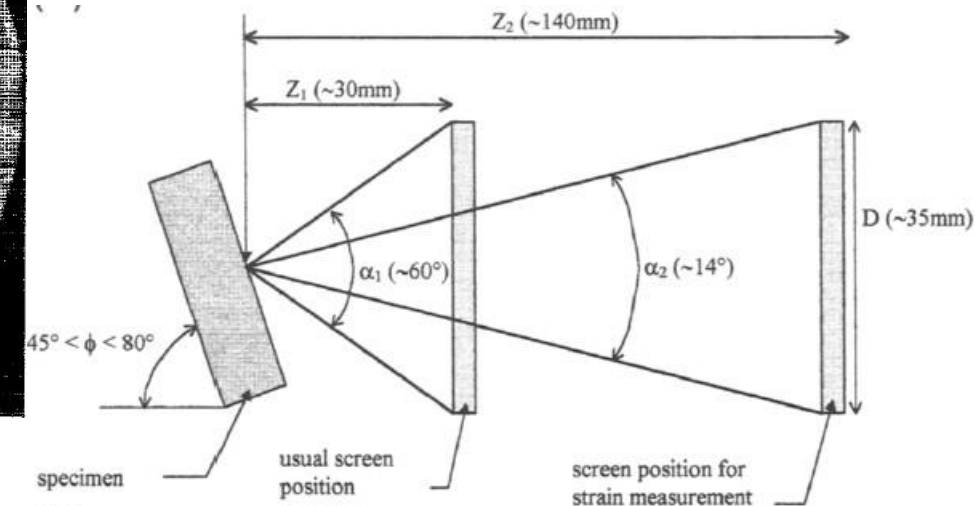
Mesure des déformations élastiques
sensibilité de 0,1 %.



Si-SiGe

1995

Mesure des déformations élastiques et
des petites rotations du réseau cristallin
sensibilité de 0,02 %, rotation 0,01°.



Historique de l'HR EBSD.

Technique WMD

Déformation Phantom

A. J. Wilkinson
G. Meaden
D. J. Dingley

T.B. Britton
C. Maurice
R. Fortunier
J.H. Driver
A.P. Day

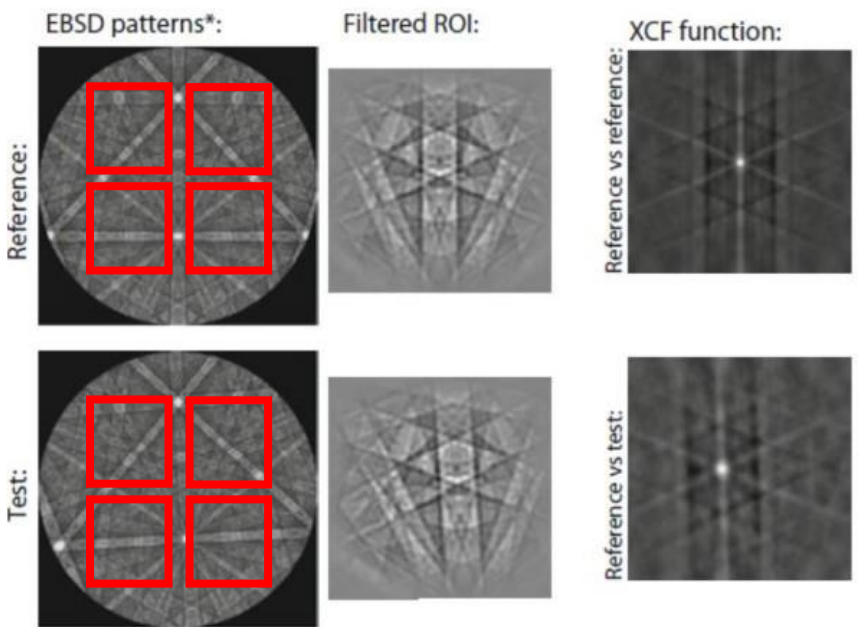
G. Meaden
D.J. Dingley
K. Mingard
A.J. Wilkinson

T. B. Britton
A. J. Wilkinson



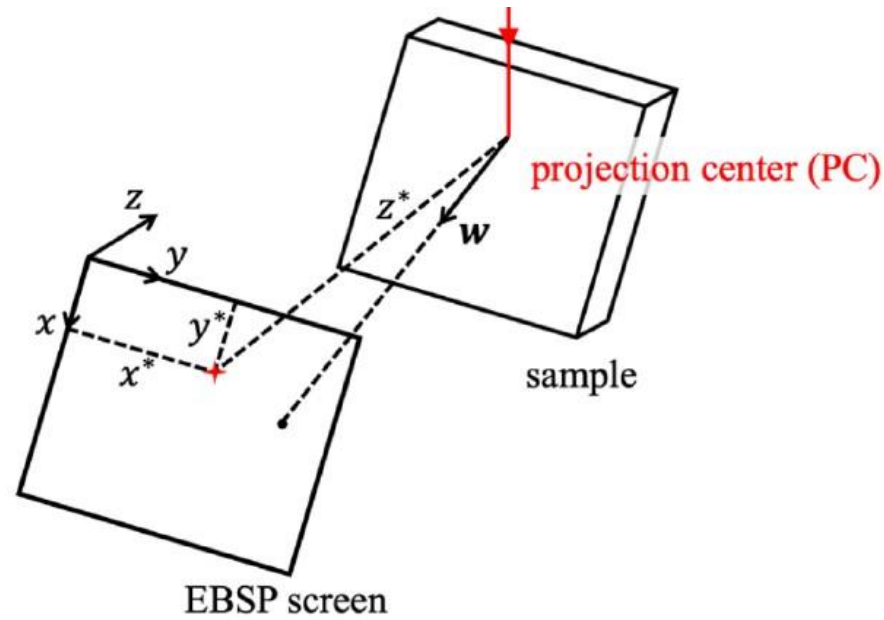
2006

Cartographie des déformations et des rotations par HR EBSD.
sensibilité de 0,004 % rotation 0,006°.



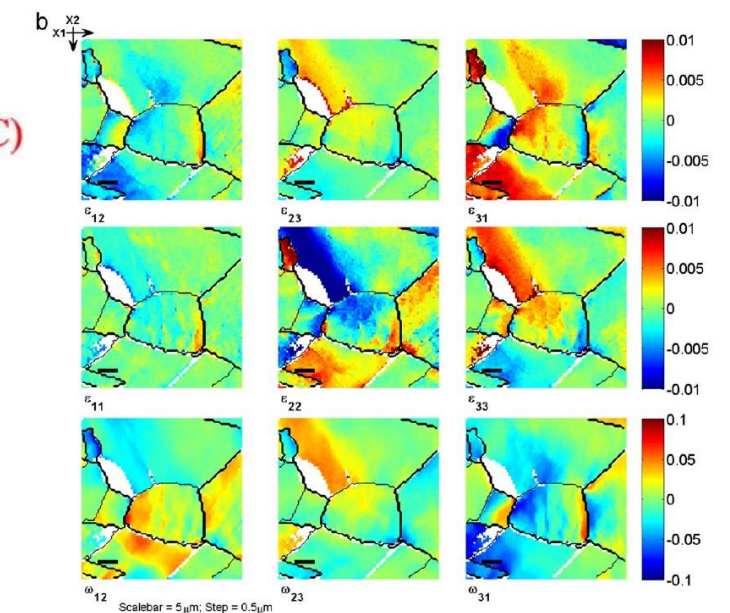
2010

Facteurs affectant la précision de l'HR EBSD



2011

Mesure de la déformation élastique résiduelle et des rotations du réseau cristallin par HR EBSD



Historique de l'HR EBSD.

C. Maurice
J. H. Driver
R. Fortunier

T. B. Britton
A. J. Wilkinson

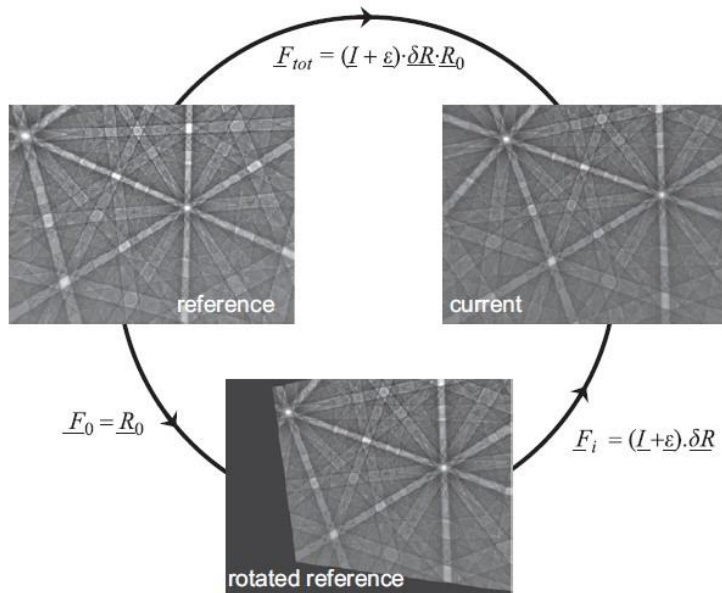
D. Fullwood T. Ruggles
M. Vaudin S. I. Wright
C Daniels

2011

2012

2015

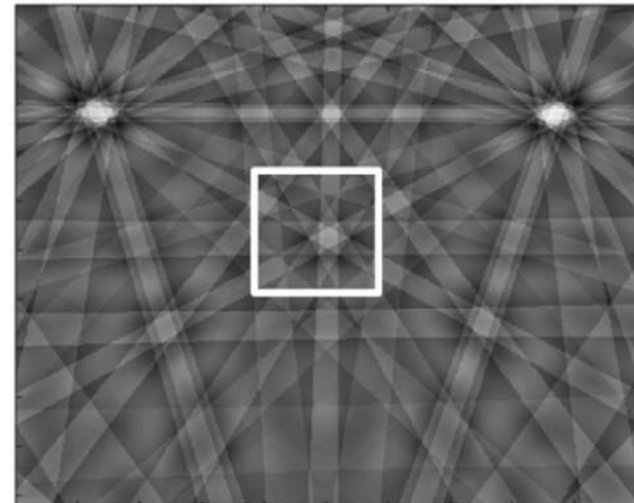
Résolution de la dépendance du gradient d'orientation de l'HR EBSD



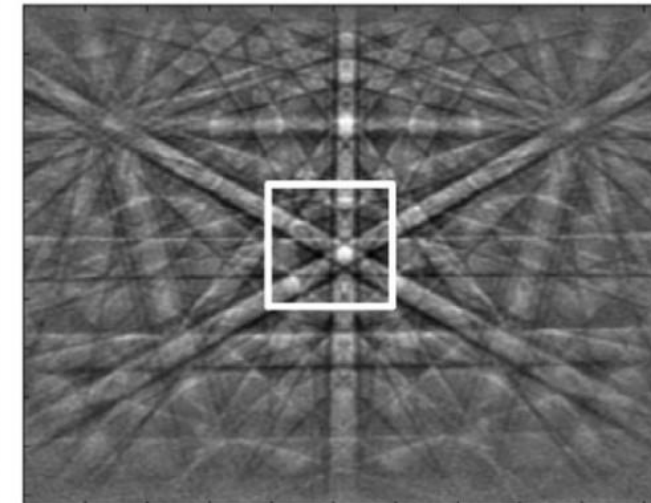
Mesures des variations de déformation élastique en présence de rotations de réseau importantes

$$\underline{R}^f = \begin{pmatrix} \cos \omega_{12} & \sin \omega_{12} & 0 \\ -\sin \omega_{12} & \cos \omega_{12} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \omega_{23} & \sin \omega_{23} \\ 0 & -\sin \omega_{23} & \cos \omega_{23} \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} \cos \omega_{31} & 0 & -\sin \omega_{31} \\ 0 & 1 & 0 \\ \sin \omega_{31} & 0 & \cos \omega_{31} \end{pmatrix}$$

Pattern de référence



Pattern à analyser



Historique de l'HR EBSD.

B.E. Jackson M. De Graef
J. Christensen D. Fullwood
S. Singh

Jon Alkorta
M. Marteleur
P. J. Jacques

Q. Shi
S. Roux

F. Latourte
F. Hild

2016

Comparaison simulation
cinématique / dynamique

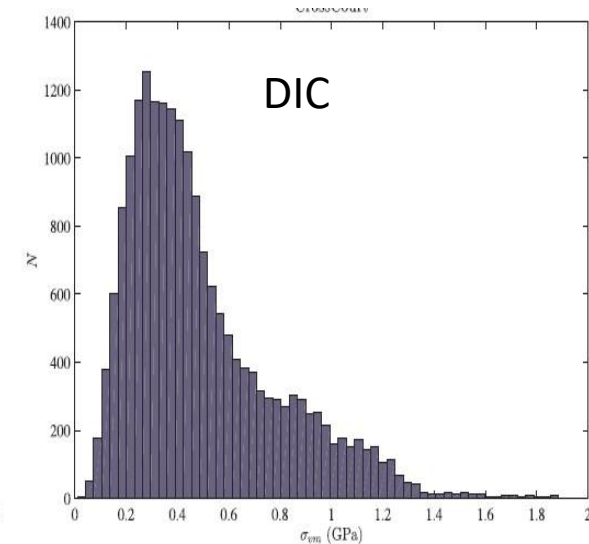
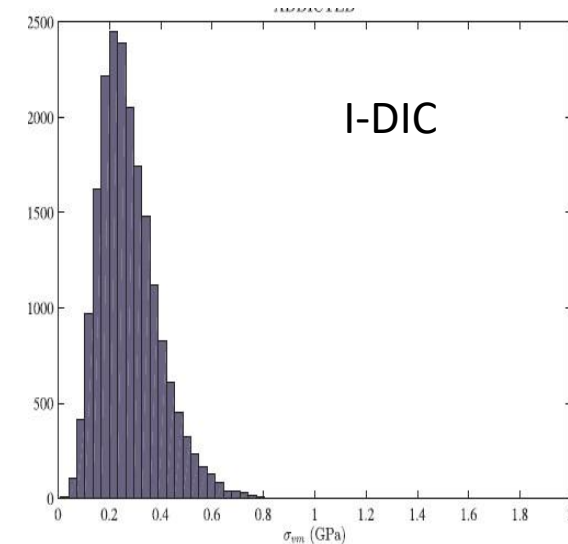
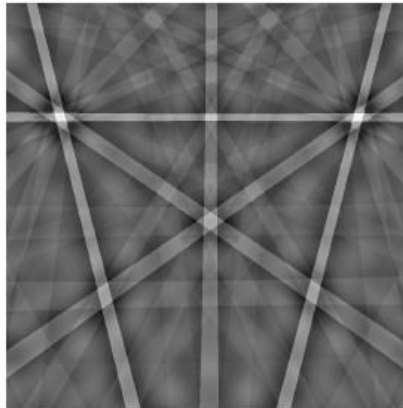
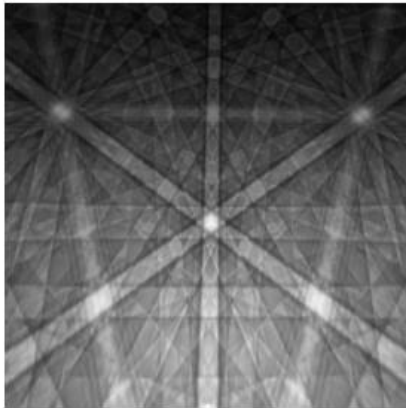
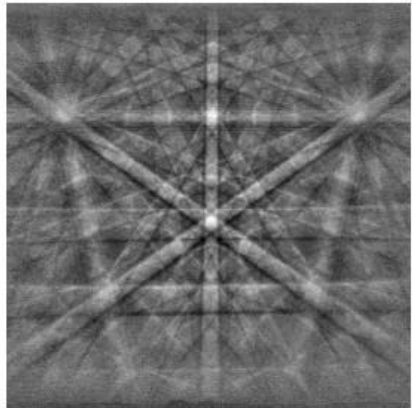
2016

Corrélation en utilisant le **gradient des patterns**

2018

Utilisation de la **corrélation intégrée** sur
des patterns expérimentaux

Théorie dynamique



Historique de l'HR EBSD.

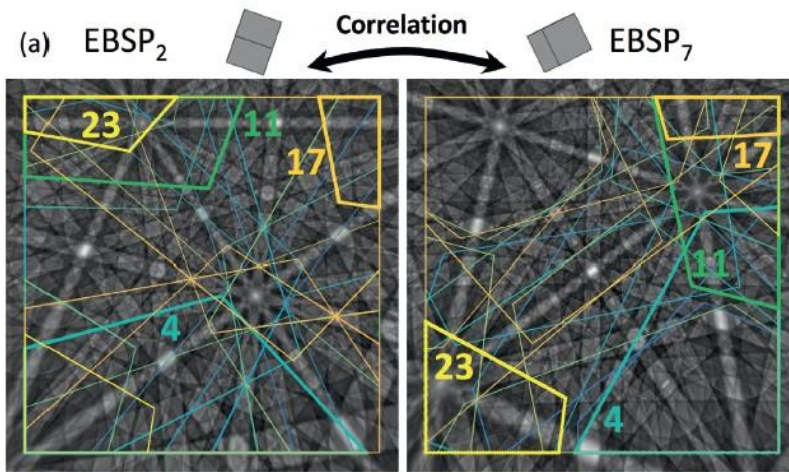
T. Vermeija
M. De Graef
J.P.M. Hoefnagels

Aimo Winkelmann
Gert Nolze Tomasz Tokarski
Grzegorz Cios Piotr Bała

Q. Shi M. Nowell
H. Zhong M. Mollens
D. Loisnard S. Roux

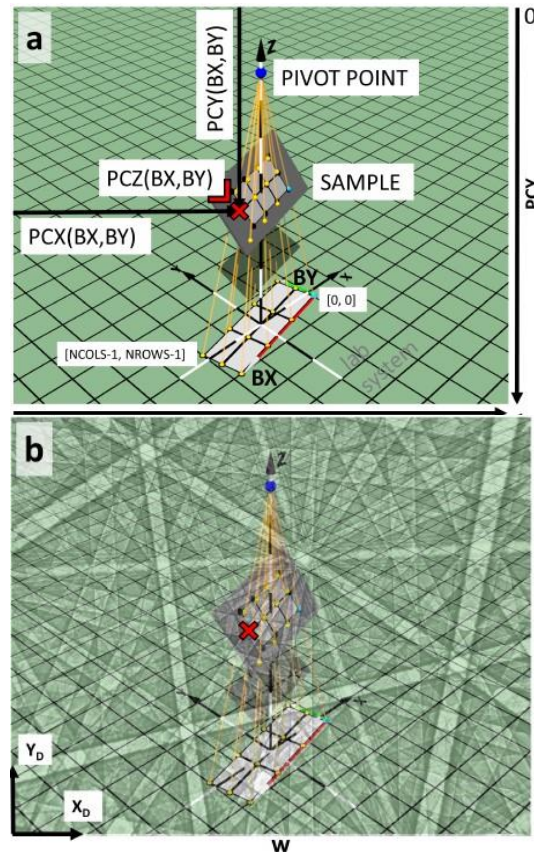
2018

Utilisation de la corrélation intégrée sur des patterns simulés.
(corrélation sans pattern de référence).



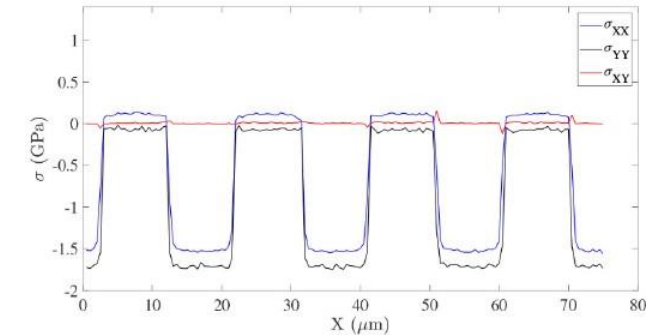
2020

Amélioration de la détermination des PCs



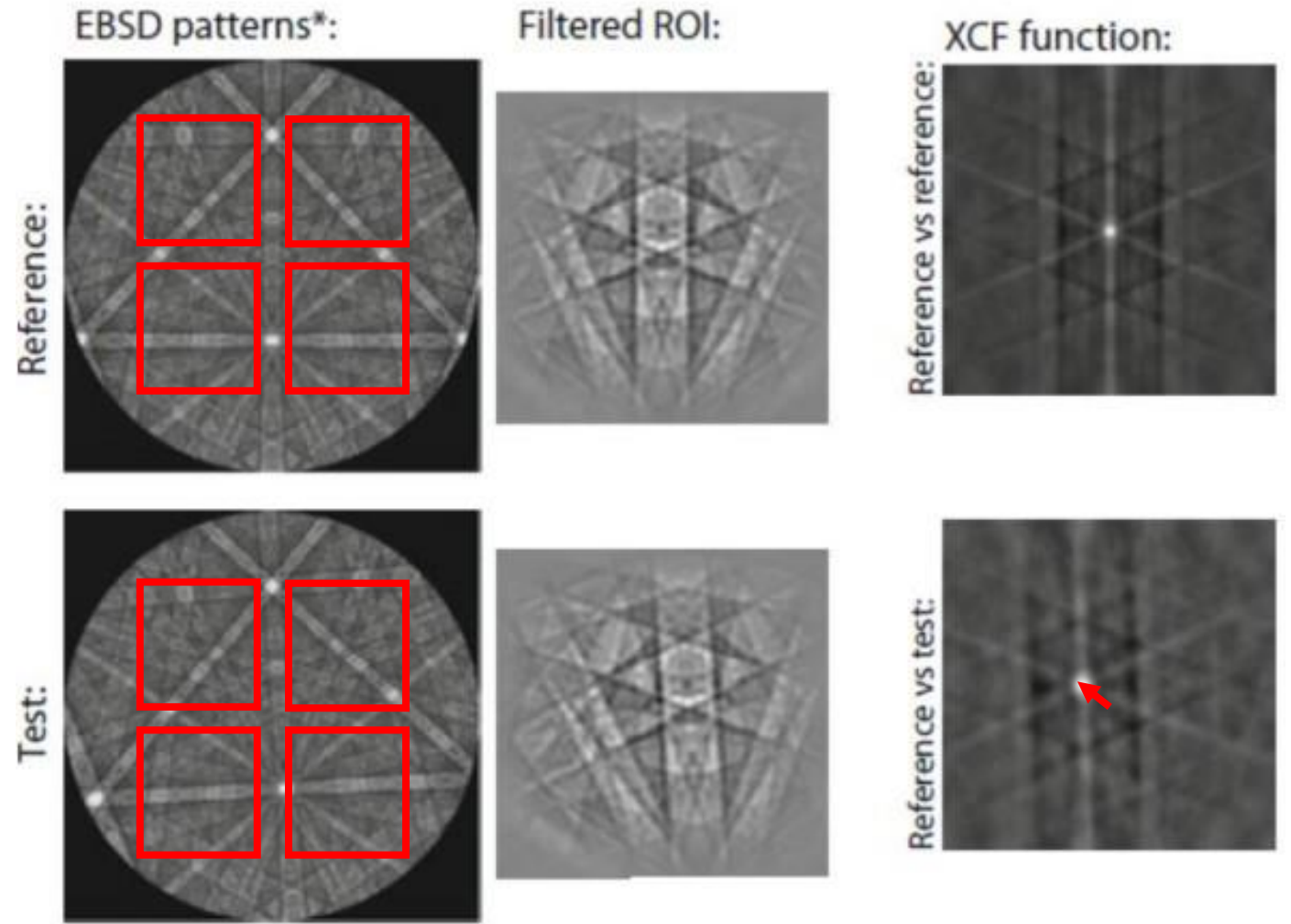
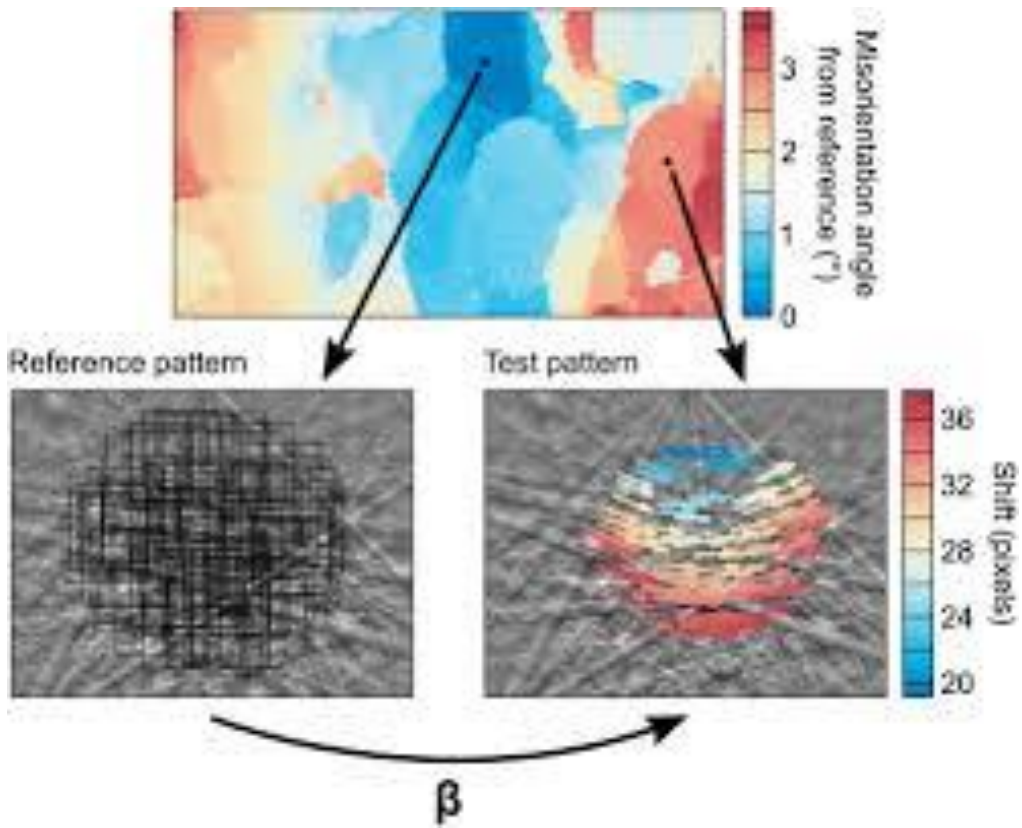
2024

Vers une mesure des contraintes résiduelles absolues par HR-EBSD avec des modèles de référence simulés



échantillon	Si	Si _{0.75} Ge _{0.25}
Composantes σ	C_{11}, C_{12}, C_{44}	
Taille de pattern	512 × 512 pixels	
incertitude σ	17; 25; 7,9 MPa	30; 31; 6,6 MPa
incertitude ε_e	$1,5 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$

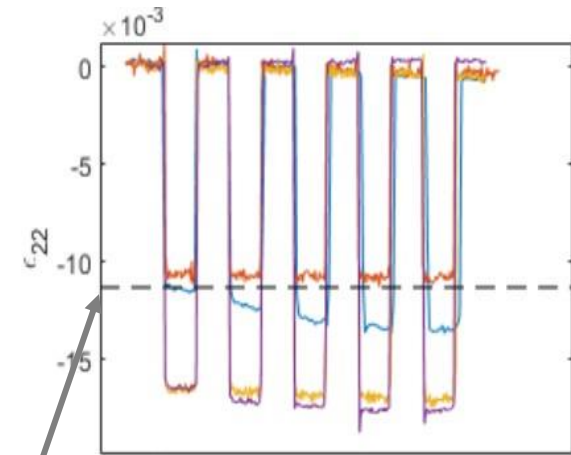
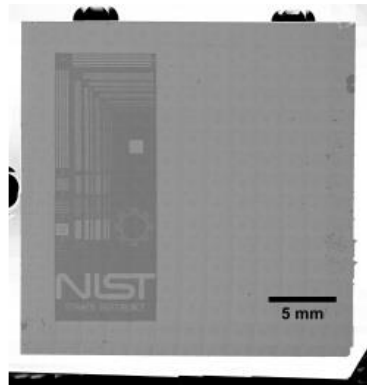
Principe de la technique WMD



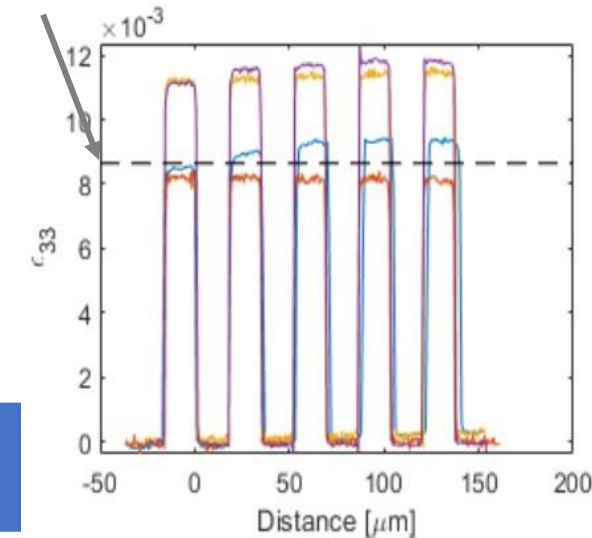
Comparaison inter-laboratoires de mesures par HR-EBSD. Différents Logiciels et analyses.

Deux laboratoires ont réalisé des acquisitions sur le même échantillon.
Les lignes d'analyse de $17,5\text{ }\mu\text{m}$ de longueur sont réalisées au même endroit de l'échantillon.

Quatorze laboratoires ont réalisé le post-traitement avec différent logiciels.
Les erreurs sur les déformations normales peuvent atteindre 3×10^{-3} .



ε Théorie – ε XRD

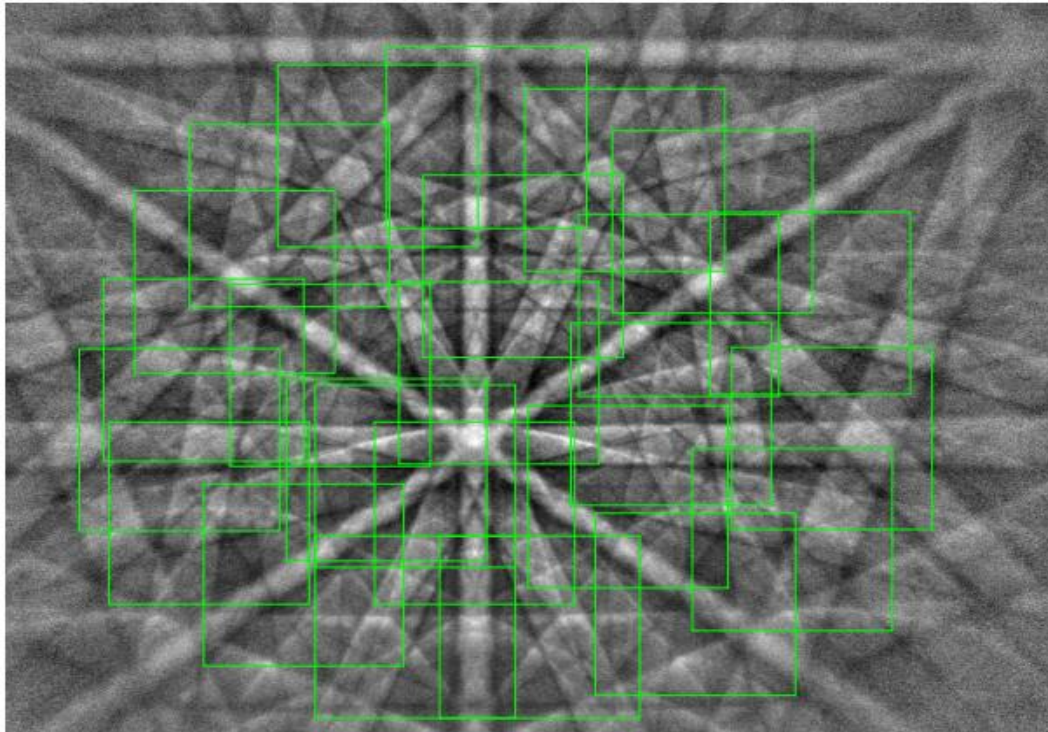


CrossCourt	StrainCorrelator	OpenXY	ATEX	Mapsweeper	IDICσ G	EMsoft	SCCorrED
------------	------------------	--------	------	------------	---------	--------	----------

Difference entre les algorithmes : CIN locale / CIN intégrée

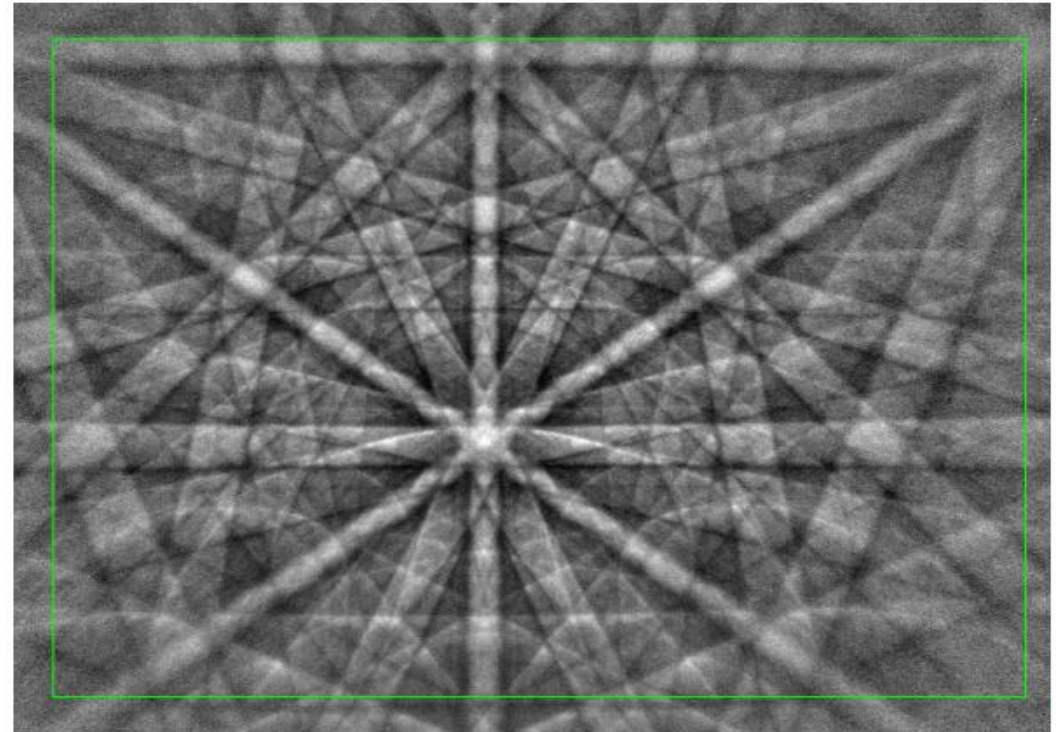
CIN-Locale

- Des sous-ensembles du motif de référence sont superposés au motif actuel.
- Le nombre de sous-ensembles et leur position sont des aspects importants de la corrélation d'images numériques locales.
- Le niveau d'incertitude est élevé, ce qui n'est pas optimal en présence de bruit.

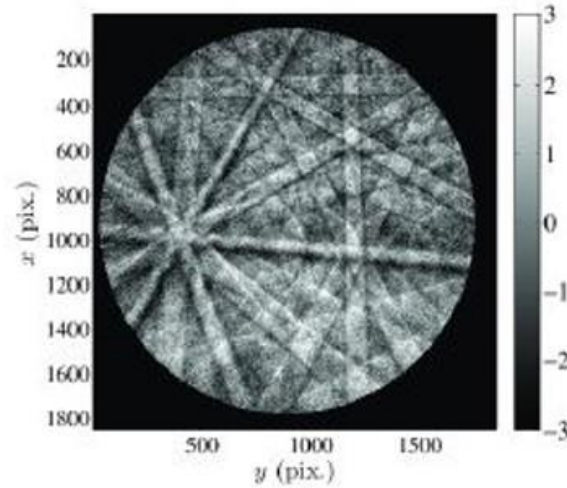


CIN-Intégrée

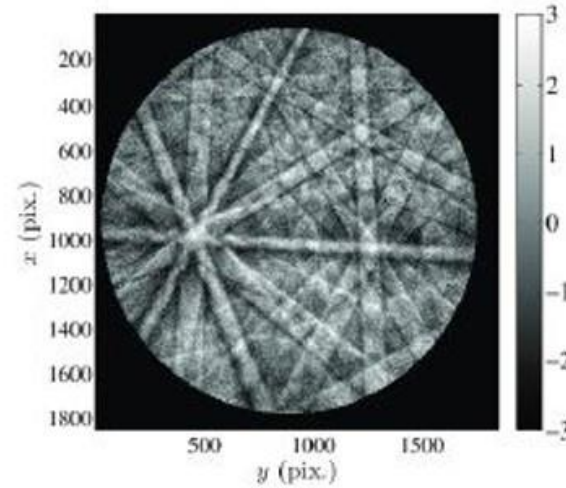
- Pas de sous-ensemble d'images.
- L'image entière est traitée une seule fois.
- Traitement rapide des motifs synthétiques et réels.
- Le niveau d'incertitude est faible, optimal en présence de bruit gaussien.



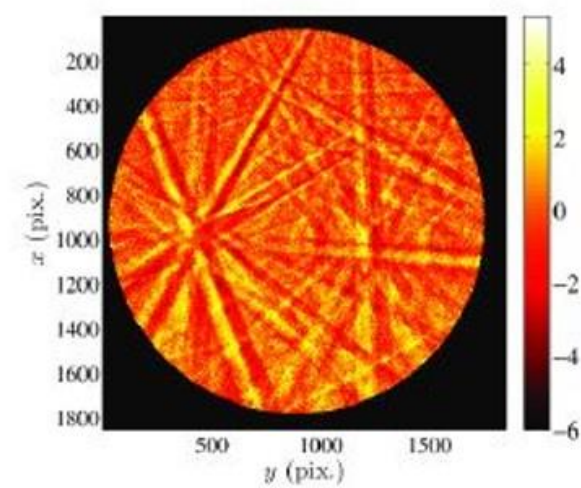
Corrélation d'image numérique intégrée (IDIC)



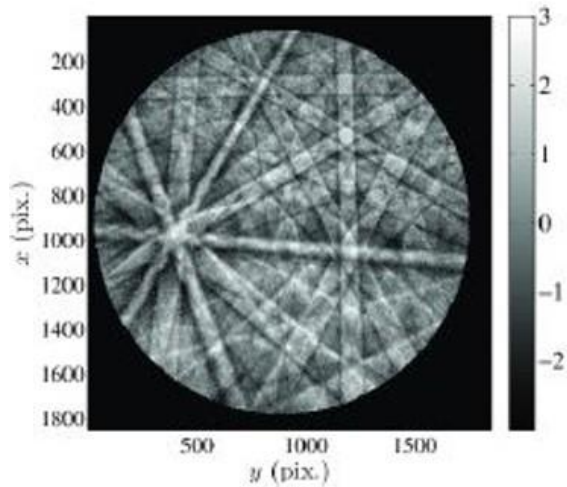
(a) Reference



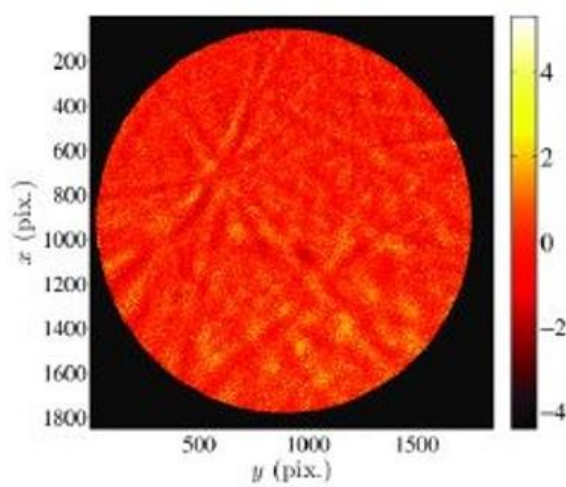
(b) Deformed



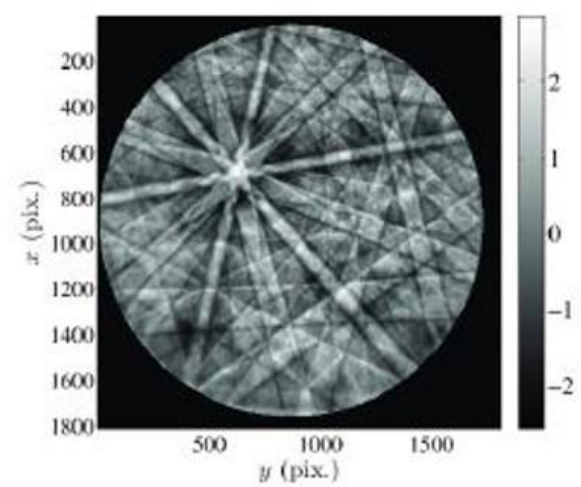
(c) Initial difference



(g) Corrected deformed image



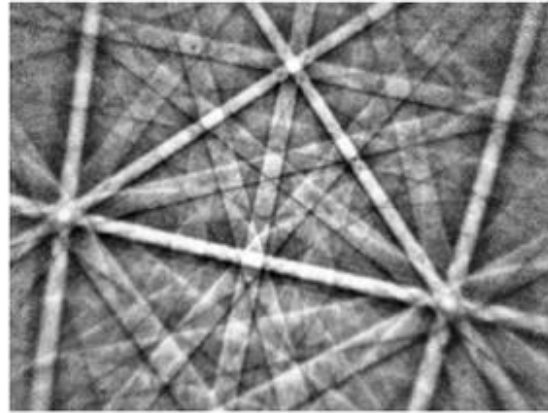
(h) Residual



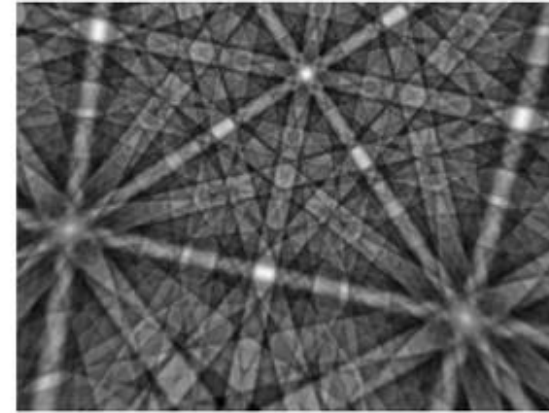
Pattern du voisinage

Corrélation d'image numérique intégrée (IDIC)

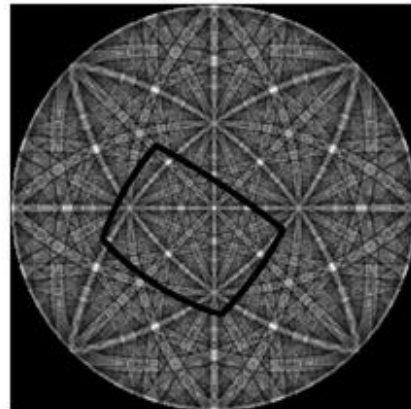
Experimental pattern



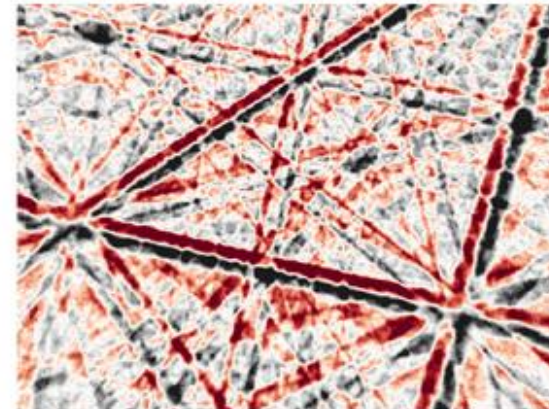
Projected pattern



Region on master pattern



Residuals: 0.257932



Principe de l'IDIC- σ

Déformation élastique \rightarrow déformation des plans atomiques \rightarrow décalage des bandes de Kikuchi

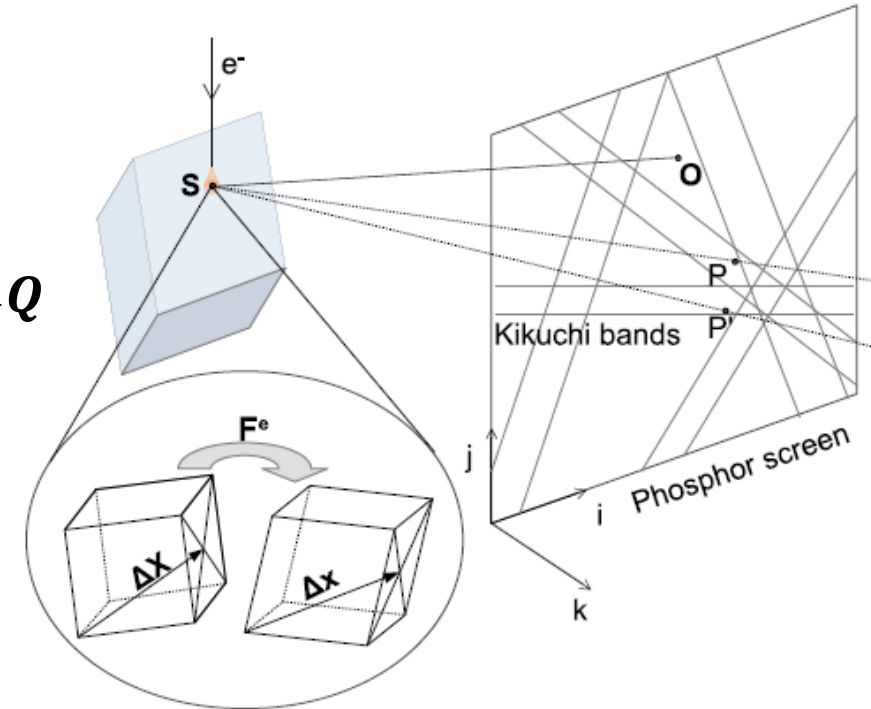
6 degrés de liberté : composantes des contraintes planes $\sigma_{XX}, \sigma_{YY}, \sigma_{XY}$ + l'orientation du cristal

Référence de l'échantillon $\boldsymbol{\varepsilon} = \mathbf{S}^s : \boldsymbol{\sigma}, \boldsymbol{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_{XX} & \sigma_{XY} & 0 \\ \sigma_{XY} & \sigma_{YY} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$

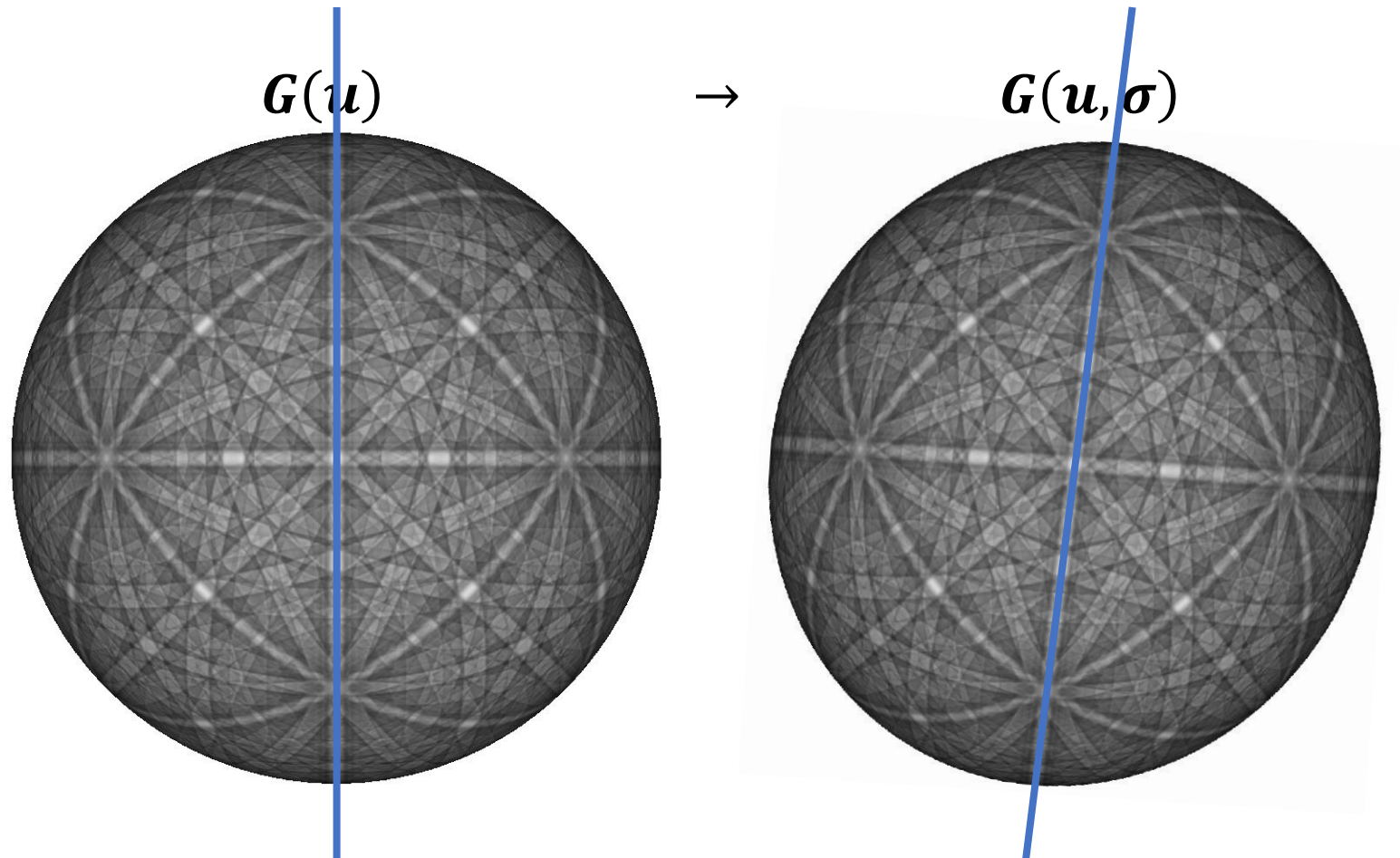
Cristal \rightarrow référence de l'échantillon $\mathbf{S}_{ijkl}^s = \mathbf{R}_{ip} \mathbf{R}_{jq} \mathbf{R}_{kr} \mathbf{R}_{ls} \mathbf{S}_{pqrs}, \mathbf{R} = \mathbf{R}_t \mathbf{Q}$

Echantillon \rightarrow référence écran $\mathbf{F}_d = \mathbf{R}_t \mathbf{U} \mathbf{R}_t^T, \mathbf{U} = \mathbf{1} + \boldsymbol{\varepsilon}$

Ecran \rightarrow référence du cristal $\mathbf{F}_c = \mathbf{Q}^T \mathbf{F}_d \mathbf{Q}$



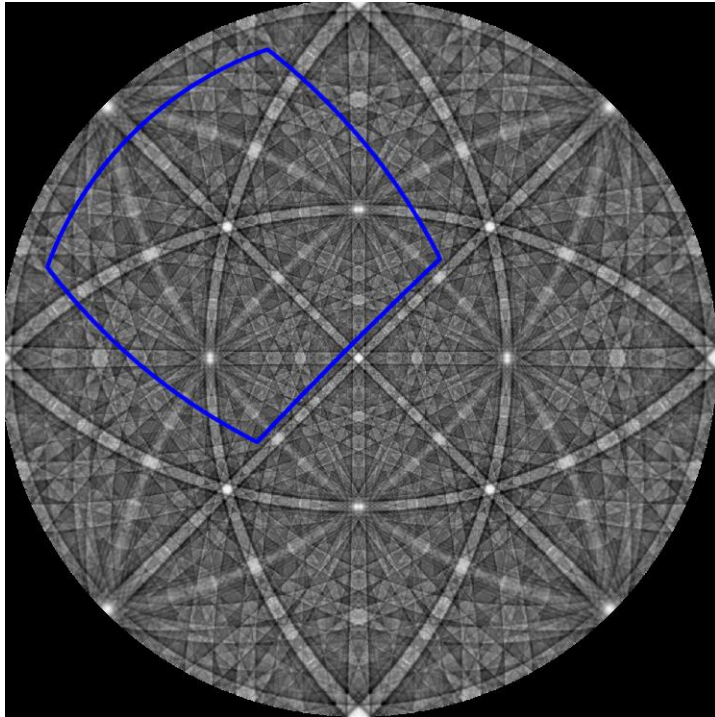
On peut déformer le diagramme de diffraction principale.



*Master pattern calculé avec EMSOFT

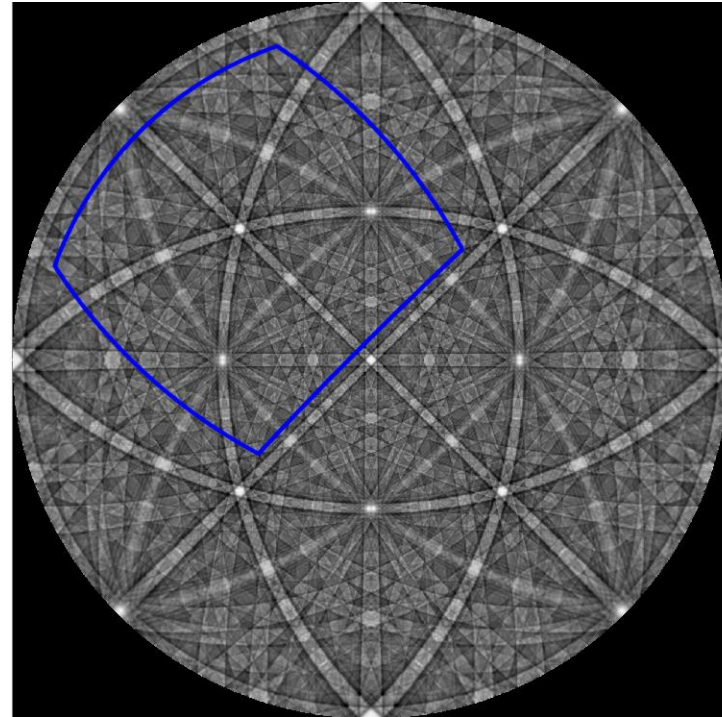
Ou déformer la région de la projection stéréographique.

$u(x)$

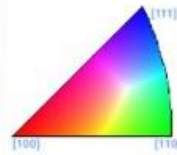
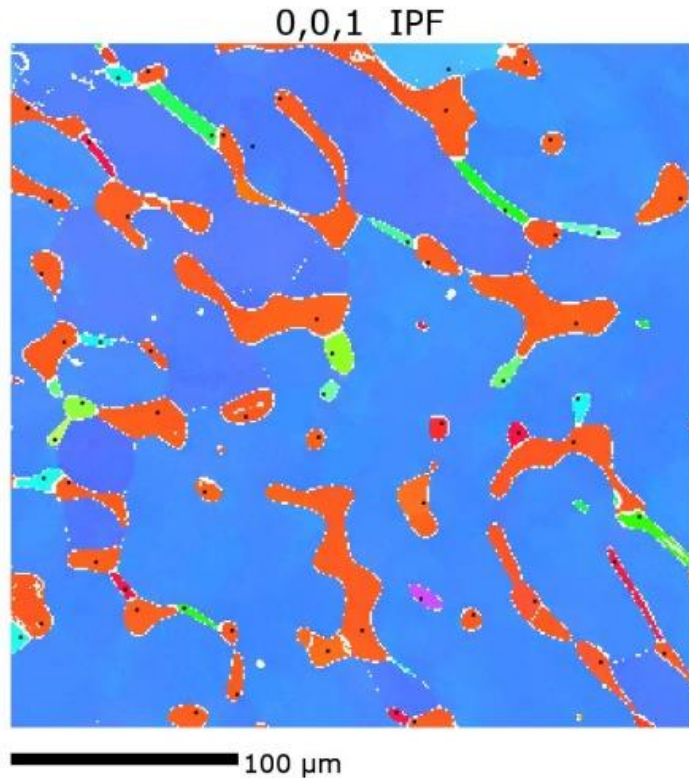


\rightarrow

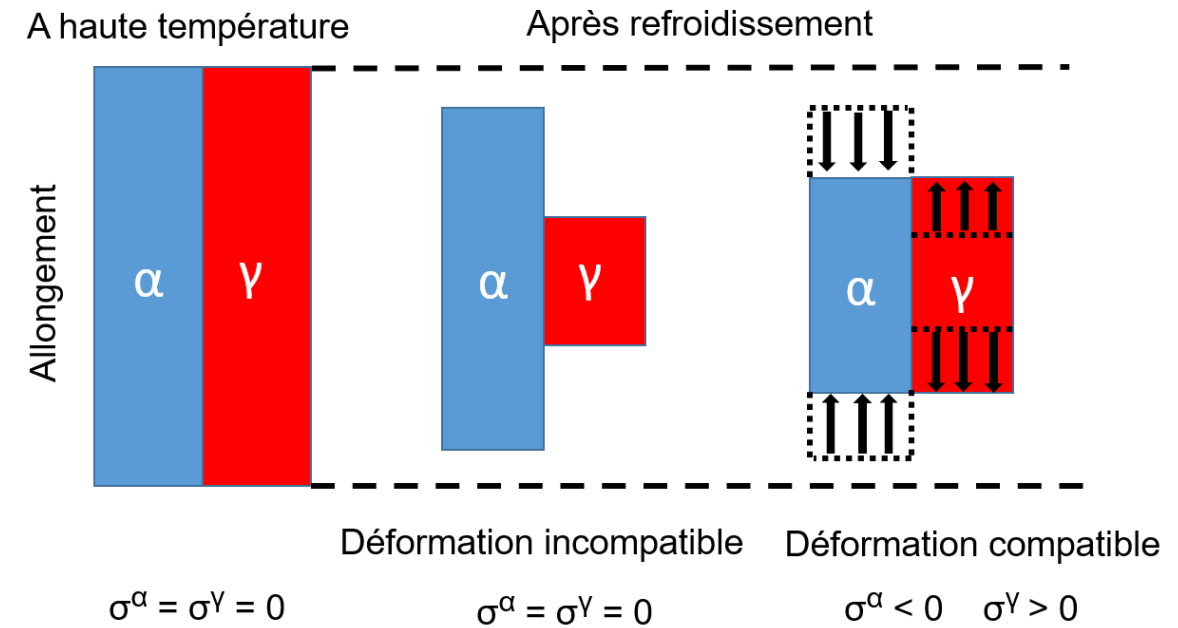
$u(x, \sigma)$



Cas d'un acier moulé austéno-ferritique



grain unique d'austénite [111]
petits grains de ferrite [100]



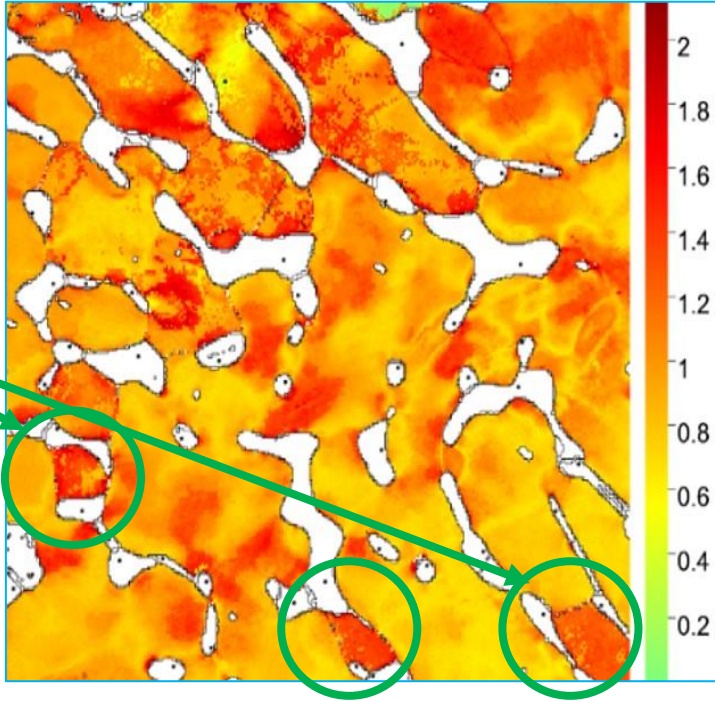
Les aciers austénitico-ferritiques peuvent accumuler des micro-contraintes élevées lors de la solidification.
La raison, les différentes constantes :

le coefficient de dilatation thermique de l'austénite est de $\alpha_\gamma = 19 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
alors que pour la ferrite il n'est que de $\alpha_\delta = 15 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$.

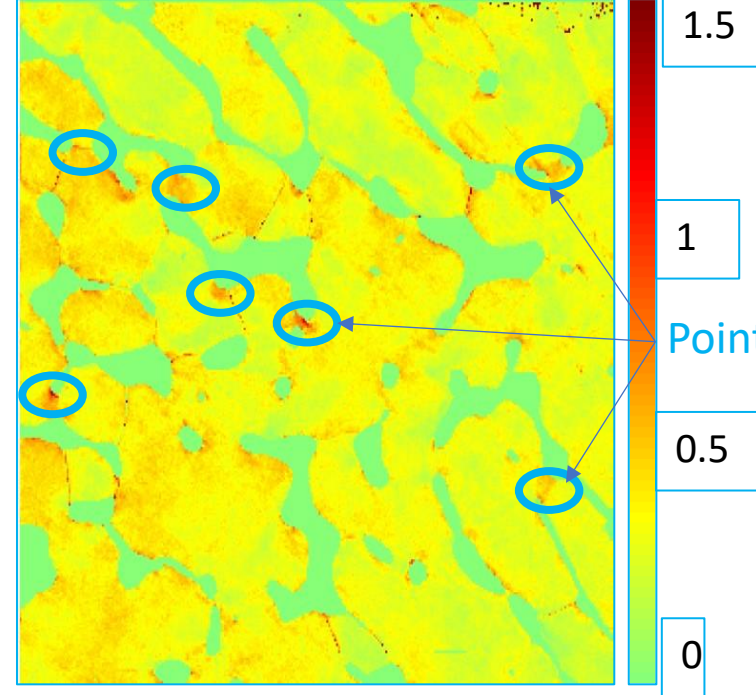
Comparaison entre les techniques : WMD (relatif) et IDIC σ G (absolu)

σ Von Mises (Gpa) (CFC seulement)

Discontinuités
intragranulaires

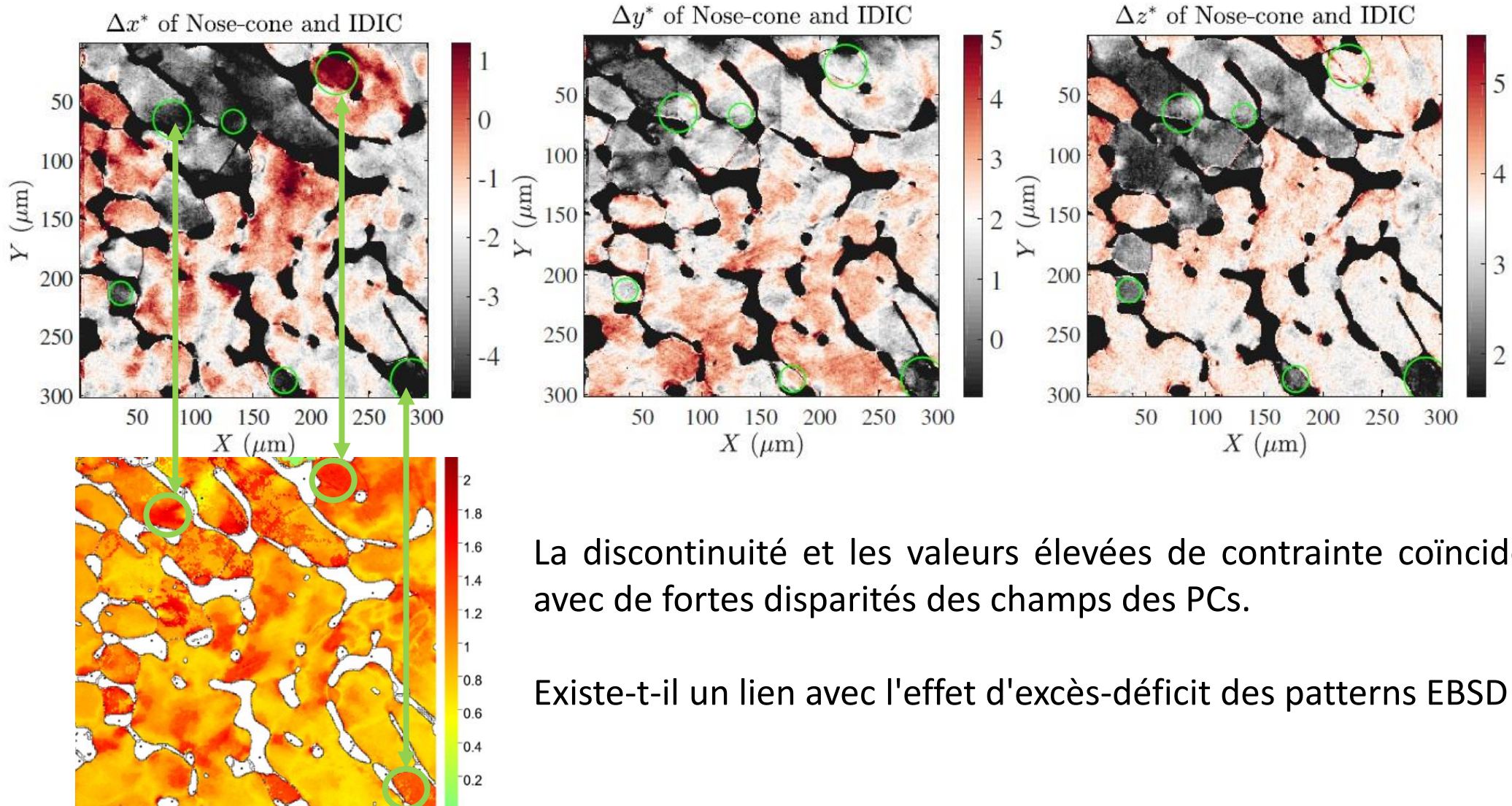


σ Von Mises (Gpa) IDIC σ G (ferrite =0)



	WMD relatif	IDIC σ G absolu
Contrainte moyenne	0.61 GPa	0.31 GPa
Continuité	Discontinue	Continue
Points chaud	aléatoire	Zone d'étranglement

L'origine de la contrainte fantôme

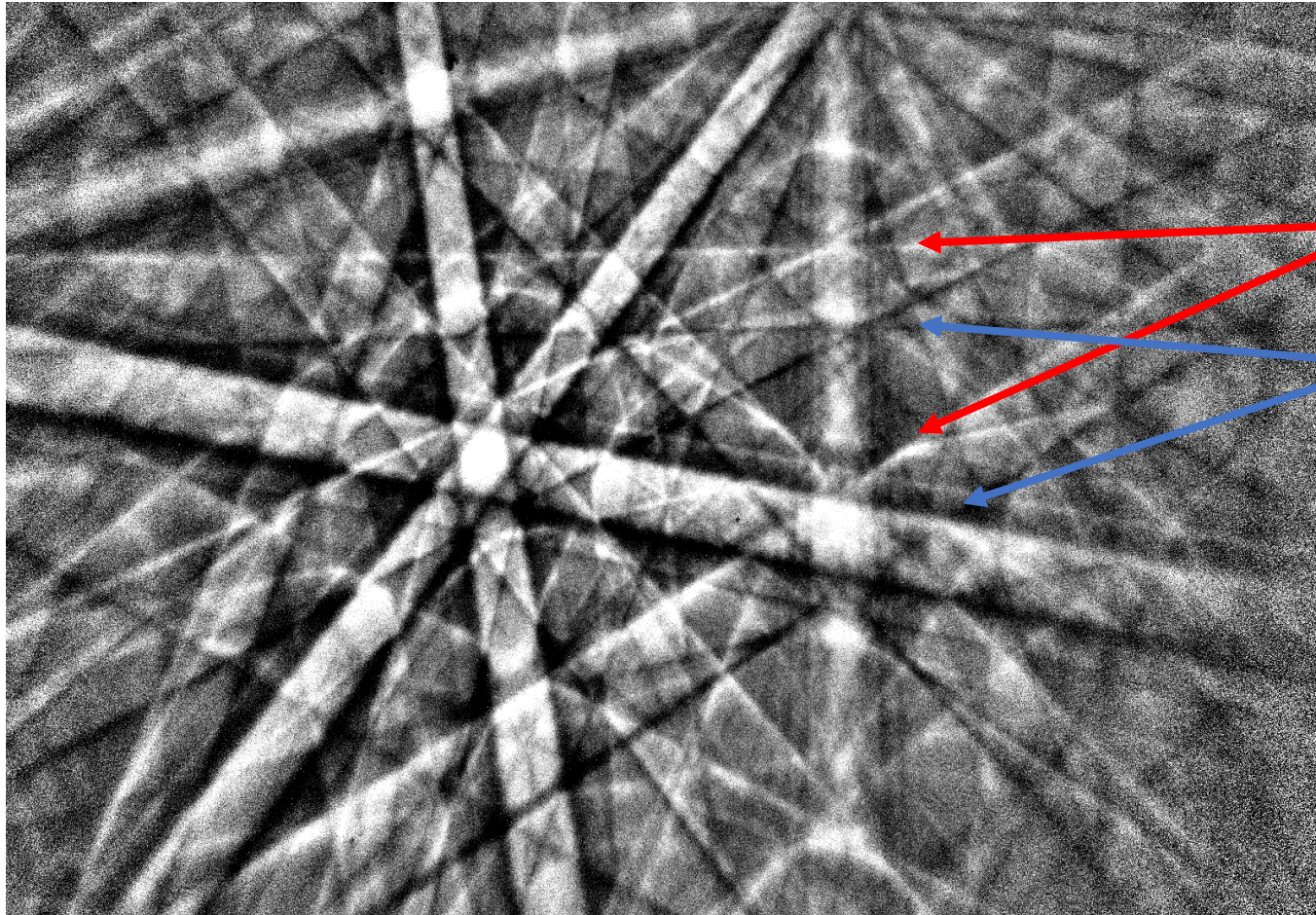


La discontinuité et les valeurs élevées de contrainte coïncident avec de fortes disparités des champs des PCs.

Existe-t-il un lien avec l'effet d'excès-déficit des patterns EBSD ?

Carte de Von Mises par la méthode WMD

Effet d'excès-déficit, ou asymétrie de la brillance des bords de bandes



bord supérieur clair

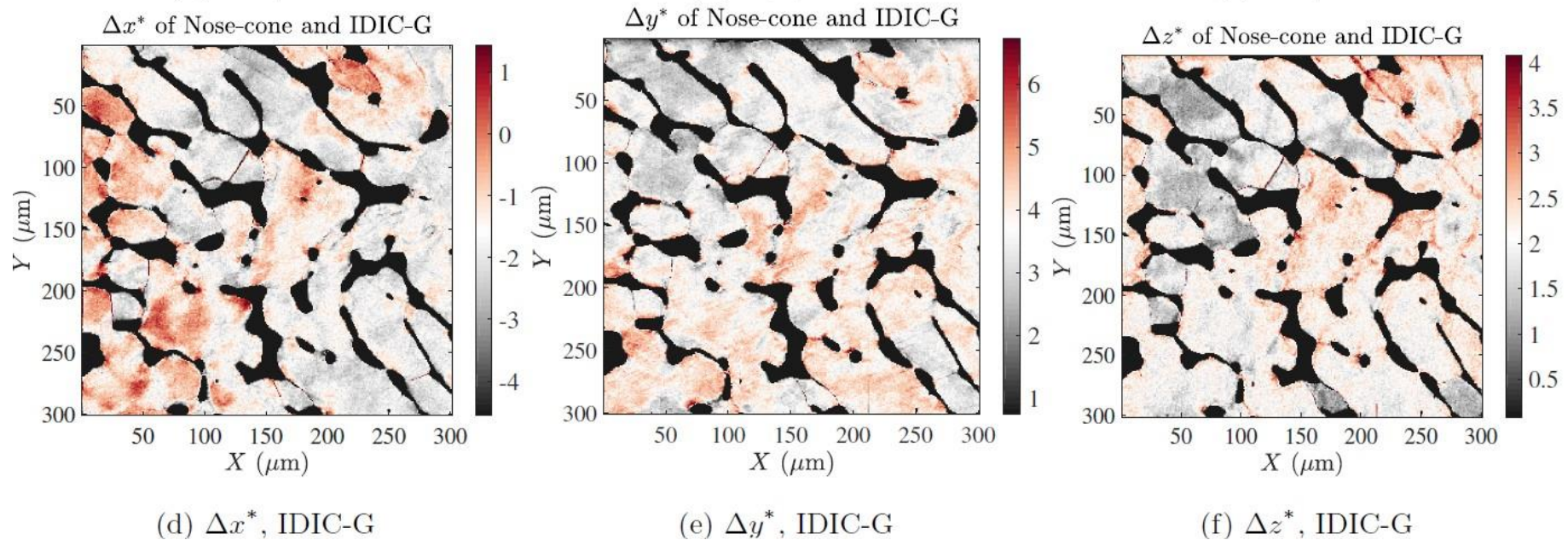
bord inférieur sombre

Les codes de simulation dynamique ne
prennent pas en compte cet effet ED !

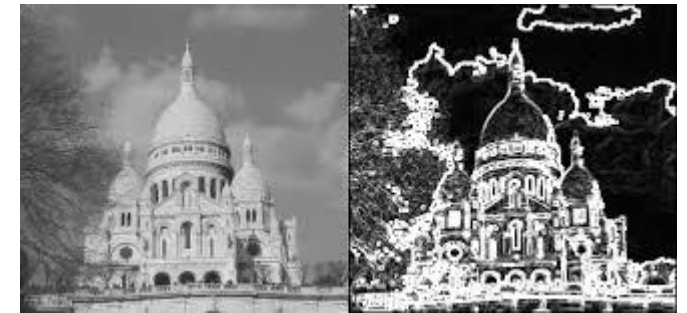
IDIC σ G prend en compte l'effet ED

L'application d'un opérateur de gradient (IDIC σ G) corrige l'effet ED des patterns EBSD.

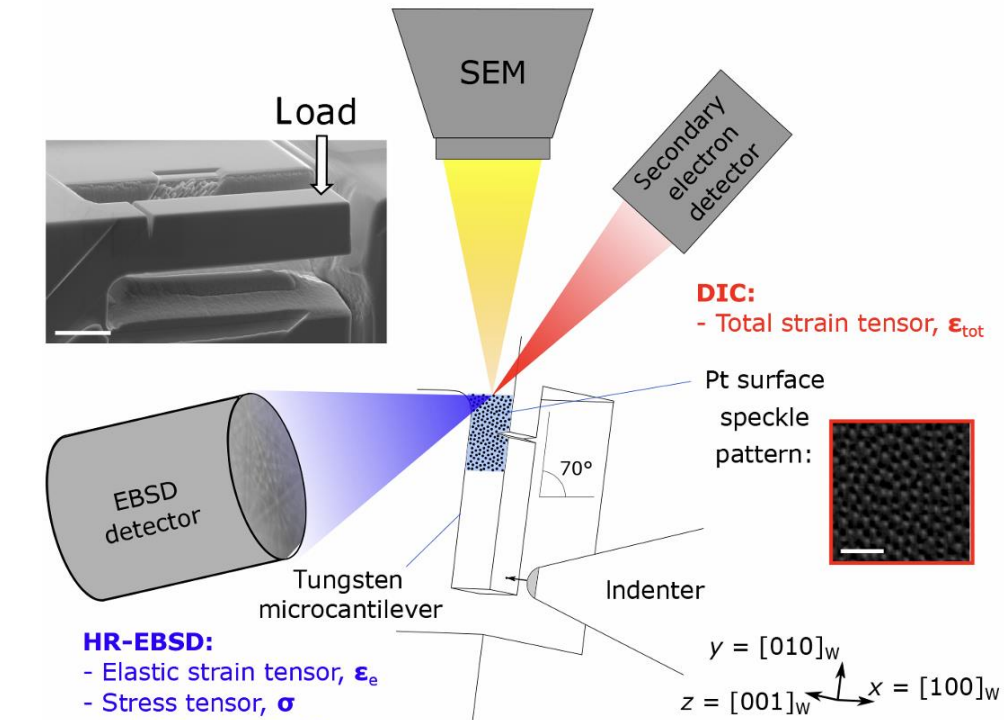
Plus de désaccord entre les PCs de IDIC σ G et une calibration expérimentale des PCs.



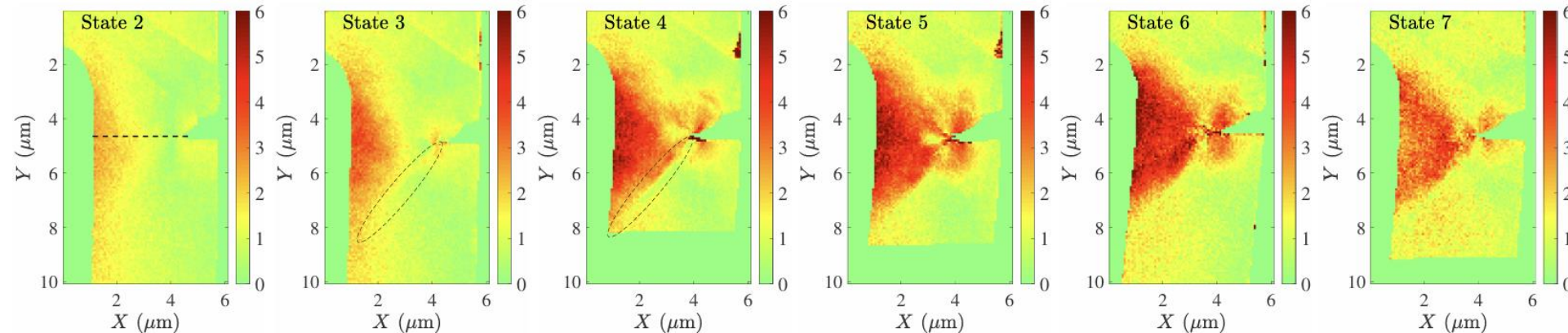
Pour une image en niveaux de gris, le gradient est un vecteur calculé à partir des dérivées partielles de l'intensité par rapport aux coordonnées x et y.



Flexion in situ d'une poutre en tungstène [Edwards 2022]



Distribution des contraintes absolues (GPa)
(haute résolution spatiale)



Comment contrôler la justesse des résultats ?

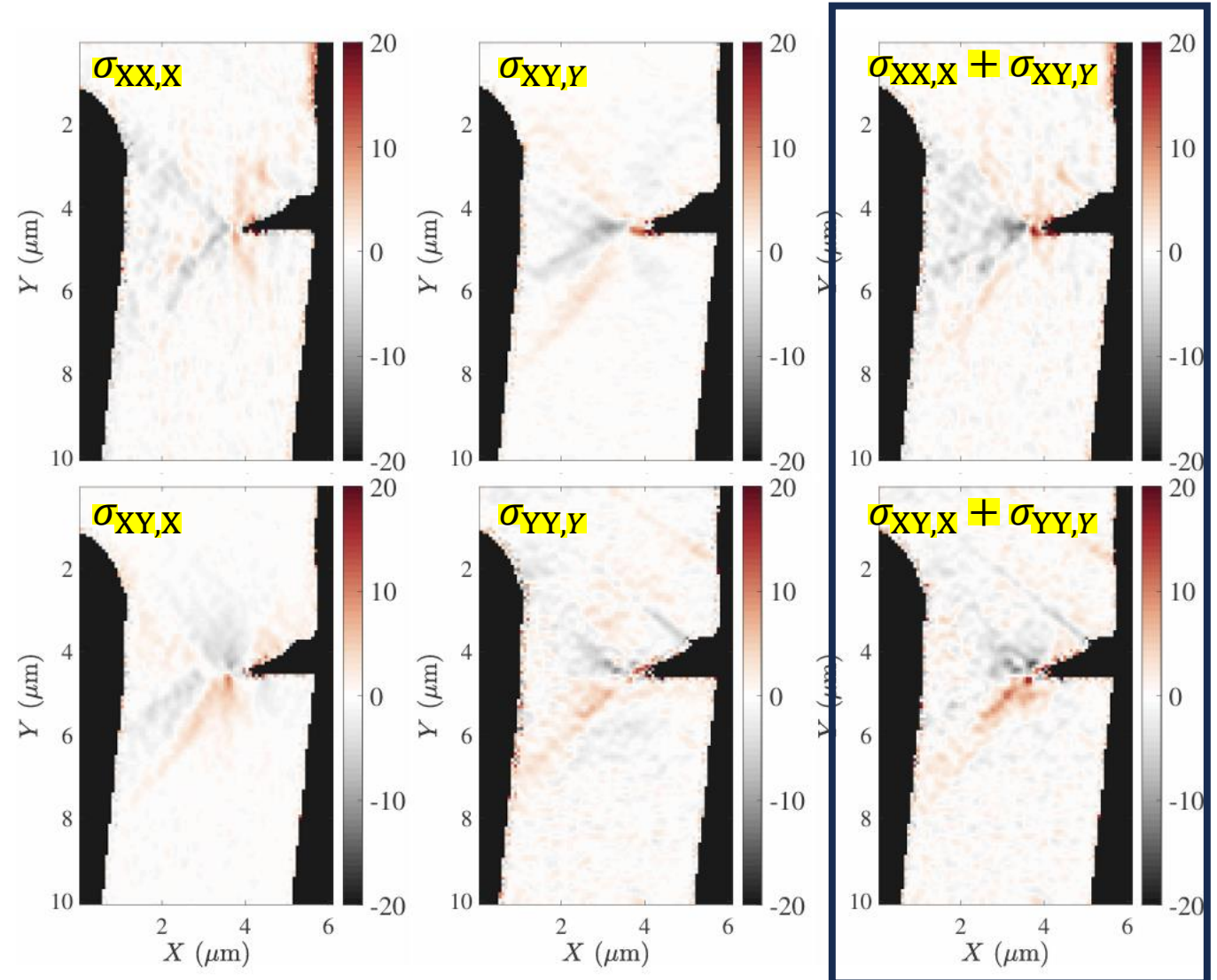
les composantes de contrainte dans le plan vérifient partiellement la divergence.

Le résidu est lié à la topographie de la surface.

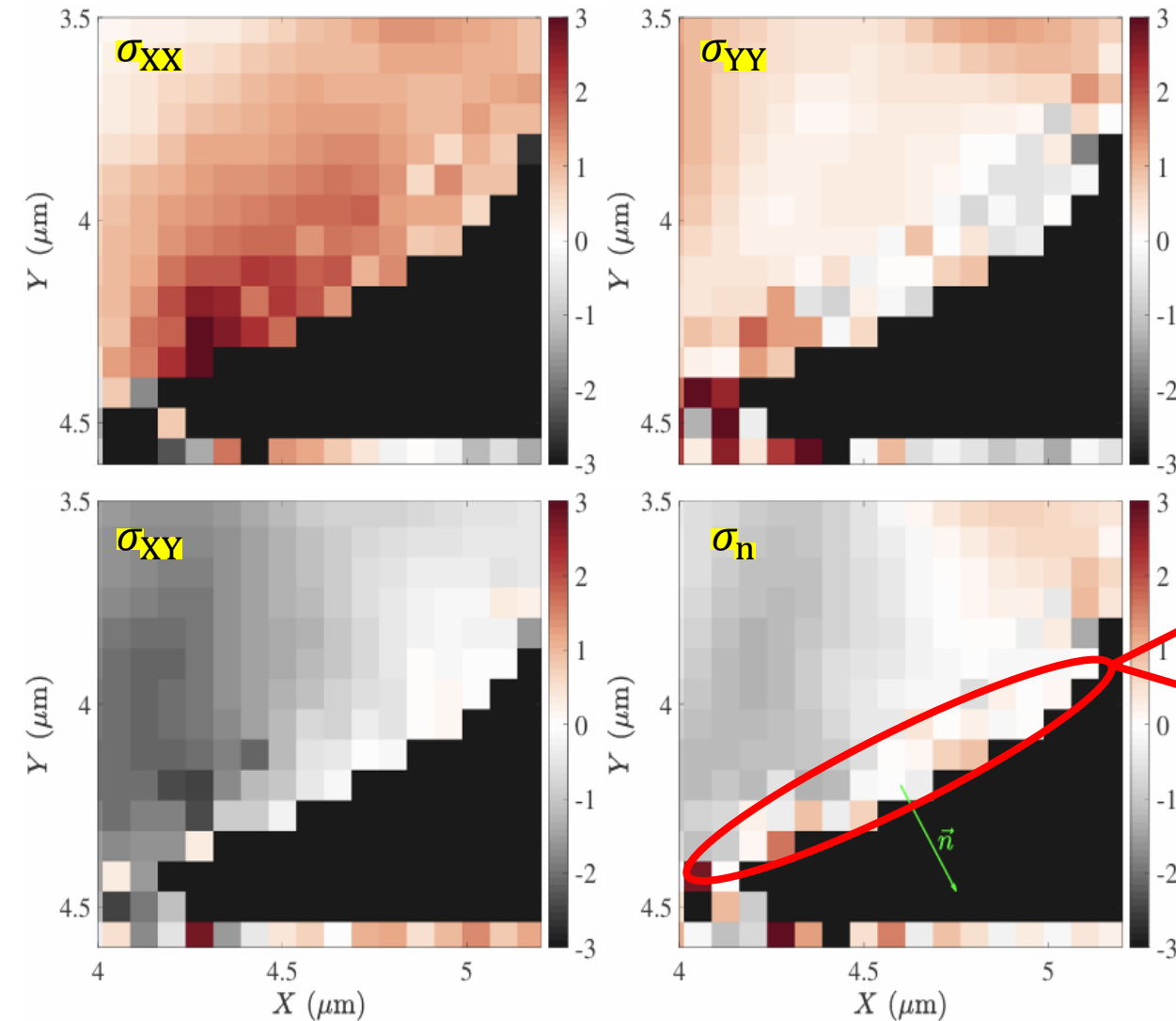
Idéalement

$$\begin{cases} \sigma_{XX,X} + \sigma_{XY,Y} + \sigma_{XZ,Z} = 0 \\ \sigma_{XY,X} + \sigma_{YY,Y} + \sigma_{YZ,Z} = 0 \\ \sigma_{XZ,X} + \sigma_{YZ,Y} + \sigma_{ZZ,Z} = 0 \end{cases}$$

Divergence des contraintes = 0



Comment contrôler la justesse des résultats ?



Si vous avez une surface libre dans la cartographie, il faut vérifier que la contrainte normale à une surface libre.

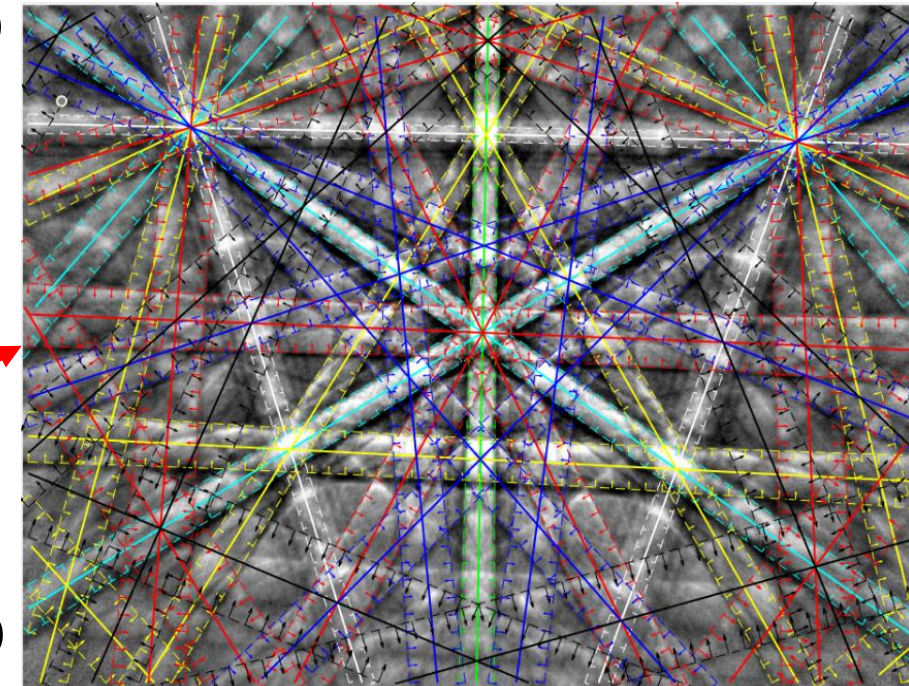
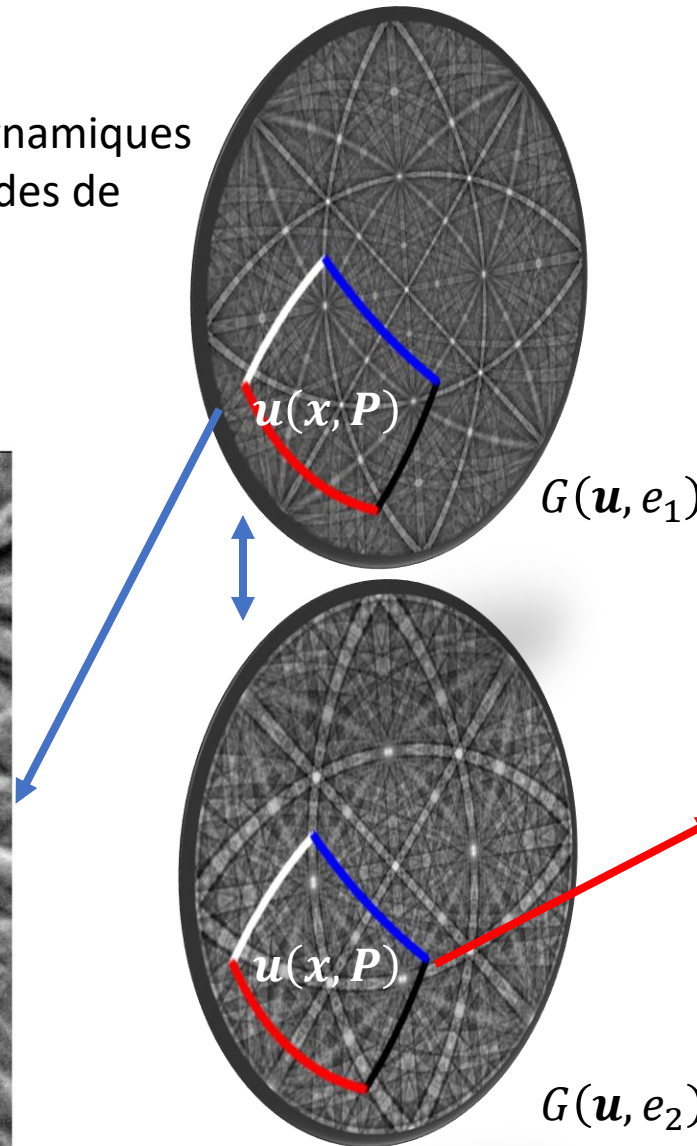
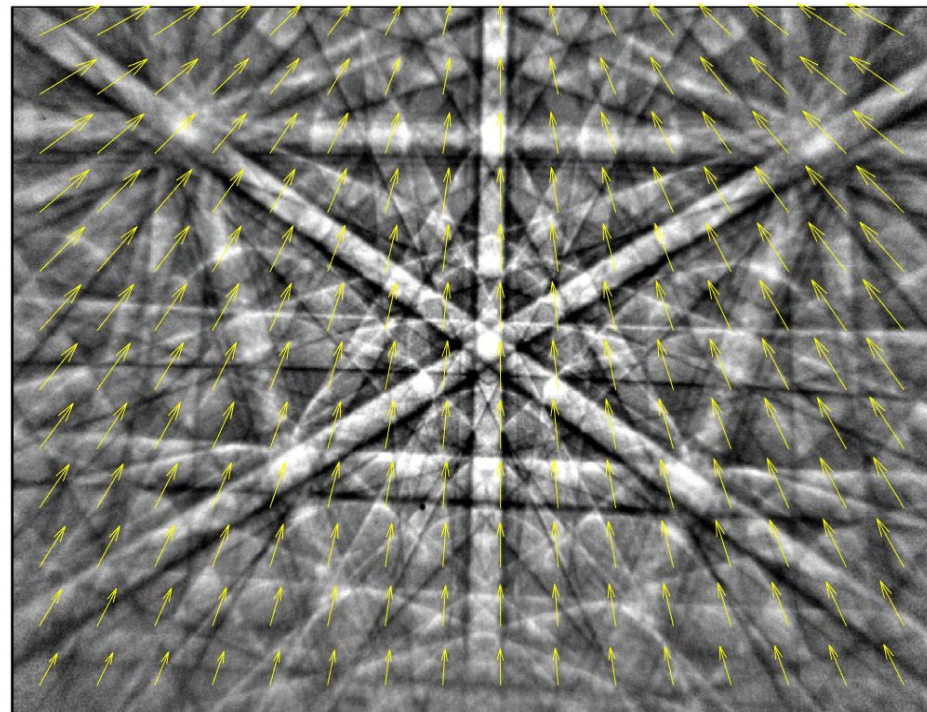
$$\sigma_n = 0$$

$$\begin{aligned} \bullet \quad \vec{\sigma}_n &= \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} \\ \sigma_{xy} & \sigma_{yy} \end{bmatrix} \vec{n} \\ \bullet \quad \sigma_n &= \vec{\sigma}_n \cdot \vec{n} \end{aligned}$$

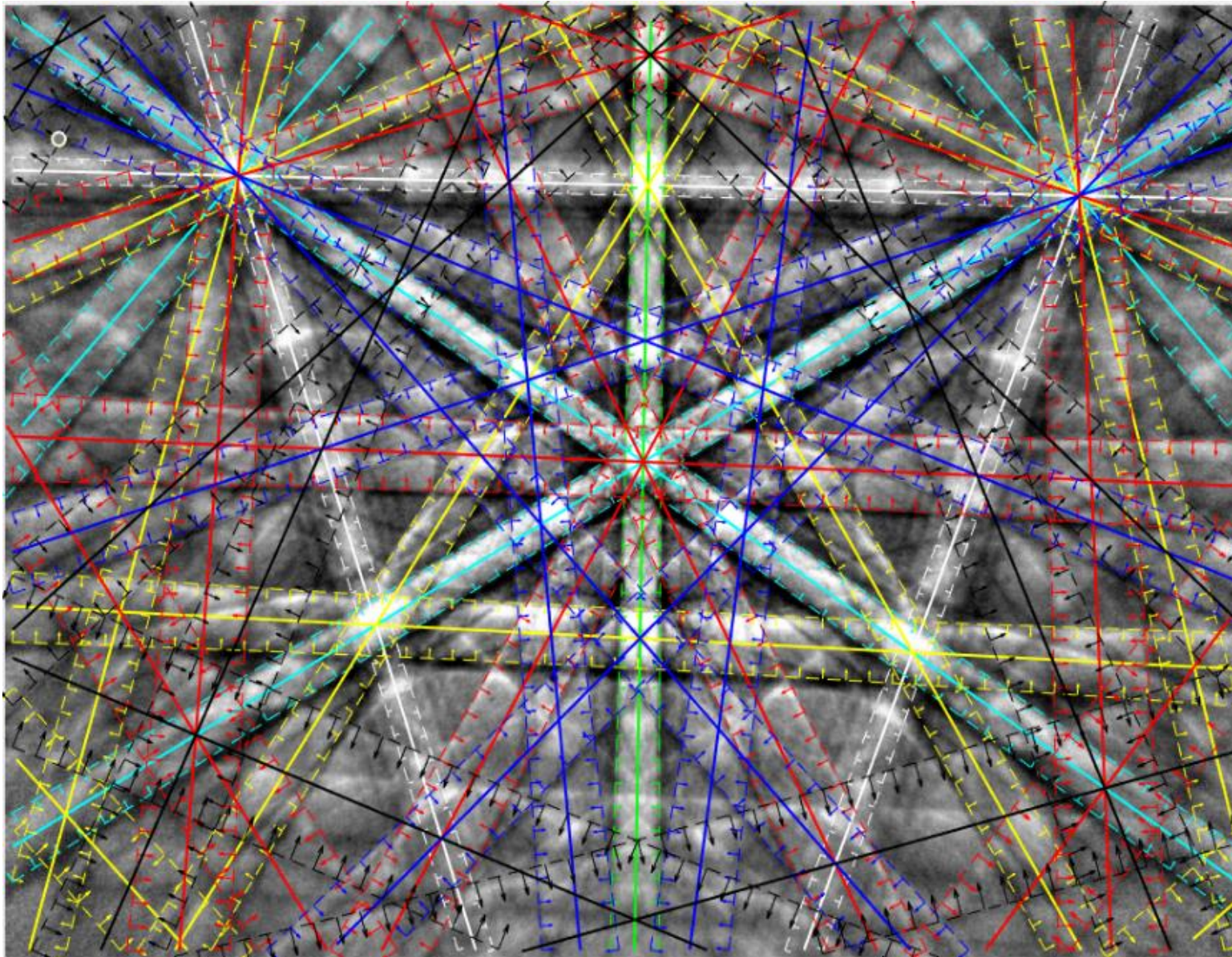
Mesure des paramètres de maille par HR-EBSD

Les “banques” des patterns des simulations dynamiques de EMSOFT sont sensibles aux largeurs des bandes de Kikuchi.

IDIC-C permet d'estimer C_{e0} la constante de réseau mesurée à l'état contraint.



Mesure des paramètres de maille par HR-EBSD



Contrainte hydrostatique

$$\sigma_h = \frac{\sigma_{XX} + \sigma_{YY}}{3}$$

Déformation hydrostatique

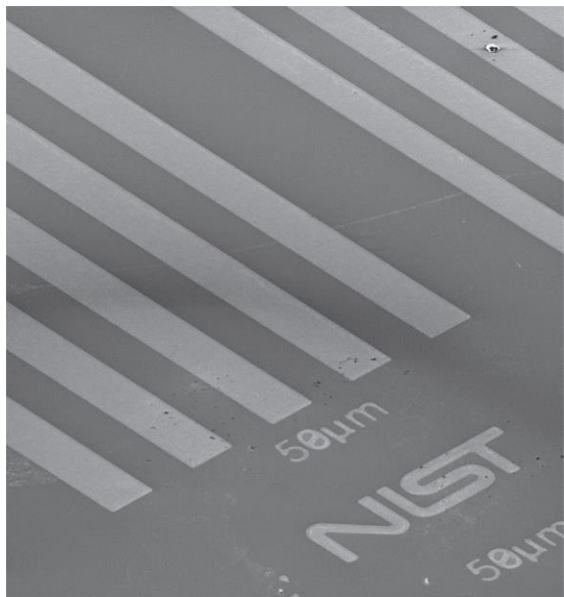
$$\epsilon_h = \frac{\sigma_h}{3B}$$

B : module de compressibilité

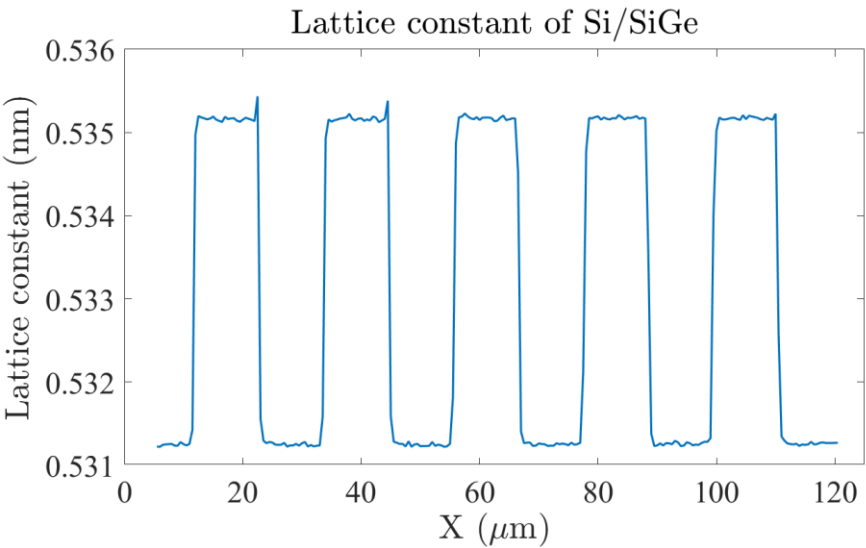
$$C_e = C_{e0}(1 + \epsilon_h)$$

C_{e0} : constante de réseau
mesurée à l'état non contraint

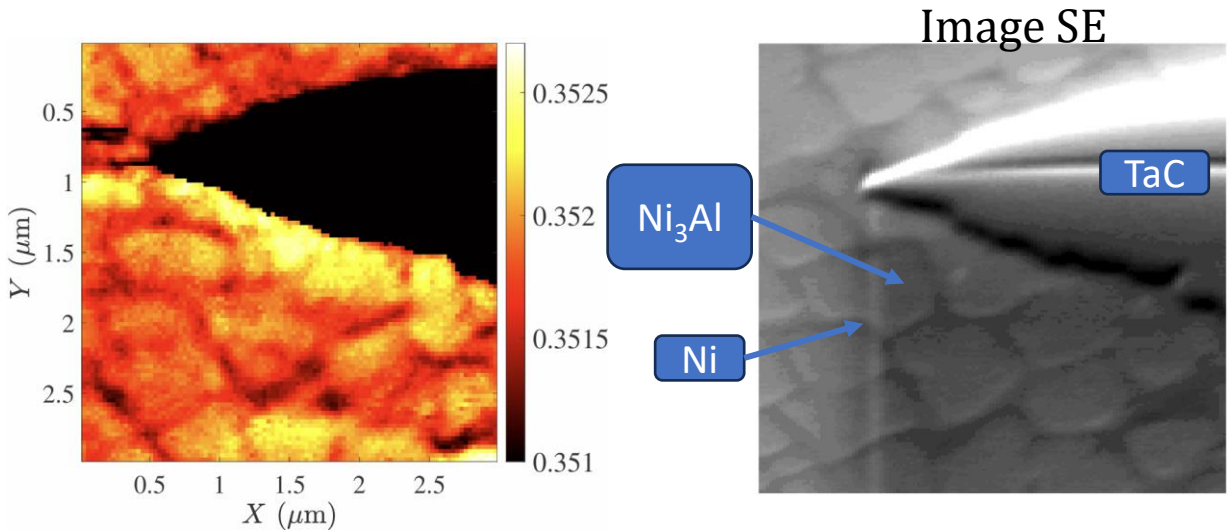
Mesure des paramètres de maille par HR-EBSD



Echantillon	$\text{Si}_{0.8}\text{Ge}_{0.2}$	$\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}$
Dilatation hydrostatique théorique	0,0045	0,0068
Dilatation hydrostatique mesurée	0,0029	0,0074



Cartographie de la variation du paramètre de maille (nm)



Conclusion

- Vingt ans d'améliorations de la technique ont permis de passer des mesures relatives aux mesures absolues.
- La corrélation intégrée, via l'image du résidu indique la robustesse de la mesure.
- La connaissance des paramètres de projection est une donnée cruciale de la technique.
- La topographie de la surface est un artéfact qui n'est pas pris en compte à ce jour.
- Les simulations dynamiques ne reproduisent pas l'effet ED.

Merci pour votre attention

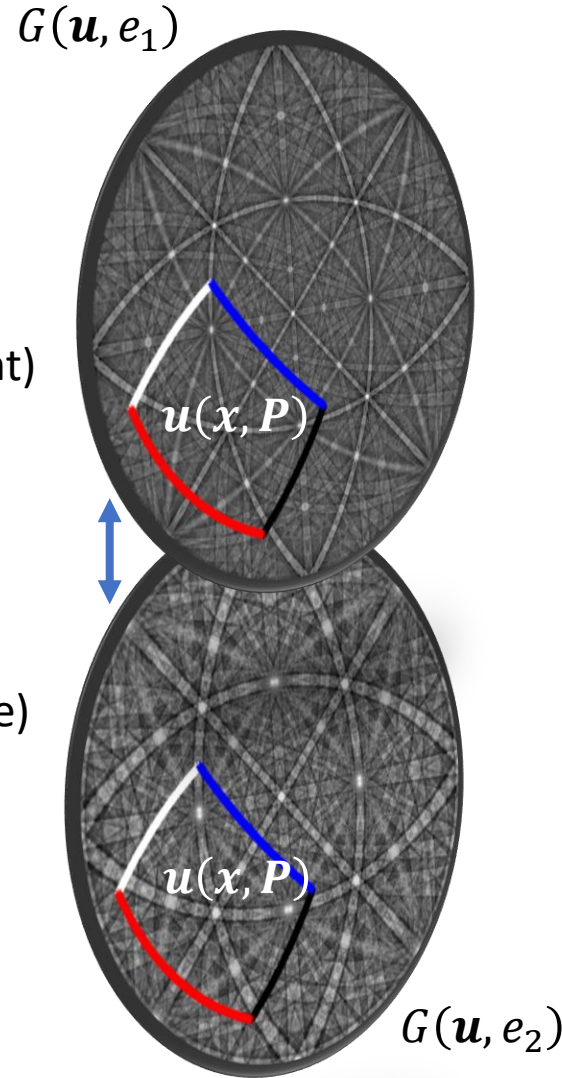
Mesure des paramètres de maille par HR-EBSD

C_e : constante de réseau mesurée (à l'état contraint)

C_t : constante de réseau utilisée pour le calcul du diagramme de diffraction principal.

$e(x)$: distribution d'énergie BSE calibrée.

$e(x_0)$: distribution d'énergie BSE simulée (attendue) par la méthode de Monte-Carlo.



Equation de la diffraction de Bragg

$$2d \sin \theta = \lambda, \quad \lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2me}}$$

$$2d \sin \theta = \frac{h}{\sqrt{2me}}, \quad d \propto \frac{1}{\sqrt{e}}$$

$$\frac{C_e}{C_t} = \frac{\sqrt{e(x)}}{\sqrt{e_0(x)}}$$