

Introduction à l'analyse en mode diffraction en transmission (TKD) dans le MEB

Matteo Russo^{a,b}, Sophie Cazottes^a

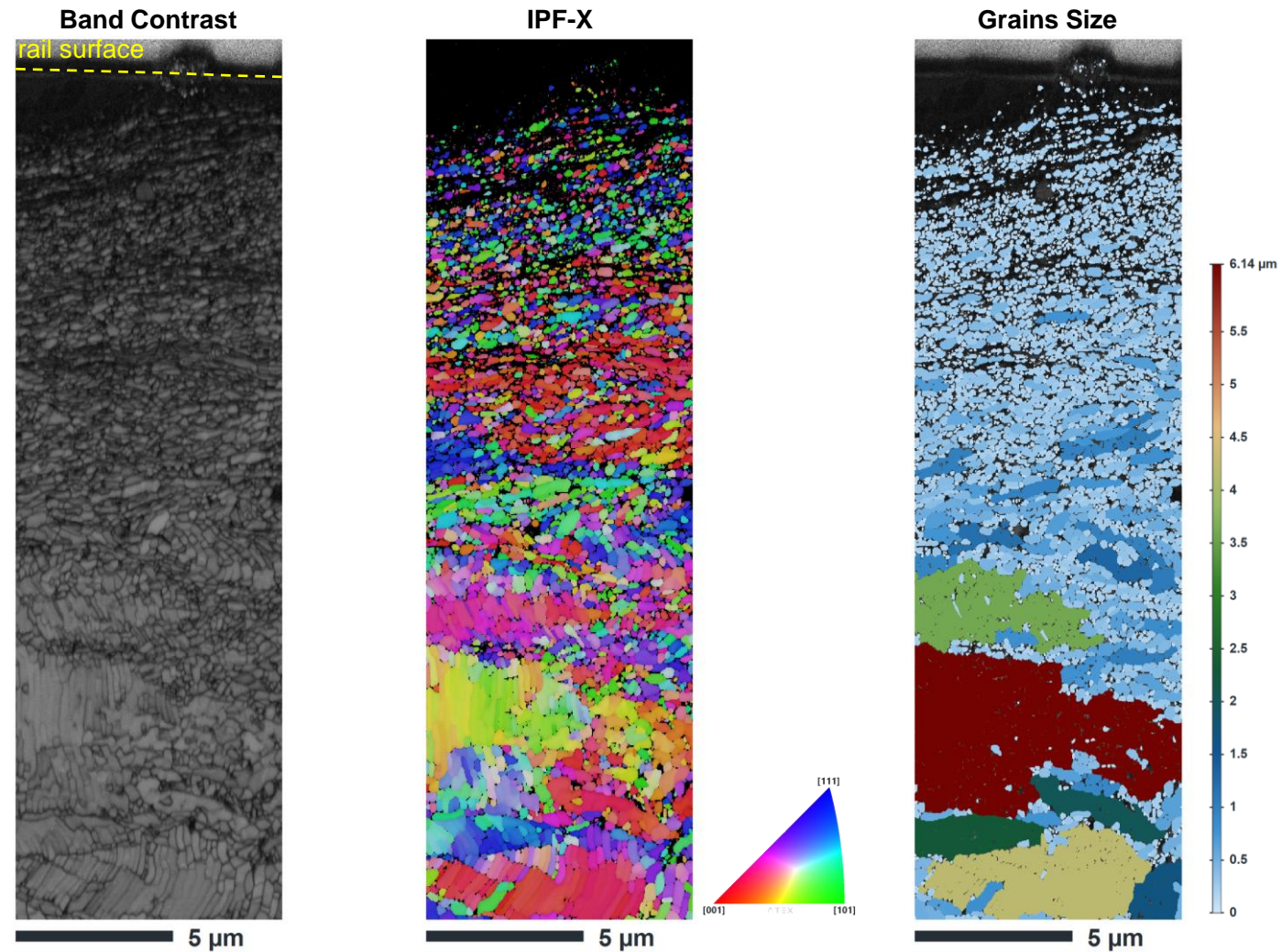
^a INSA Lyon, MatéIS, CNRS UMR 5510, F-69621, Villeurbanne, France

^b INSA Lyon, LaMCoS, CNRS UMR 5259, F-69621, Villeurbanne, France



- Cartographies d'orientation : comprendre quand le TKD est la bonne technique
- Identifier les paramètres expérimentaux influençant la qualité de l'analyse TKD.
- Avantages et désavantages

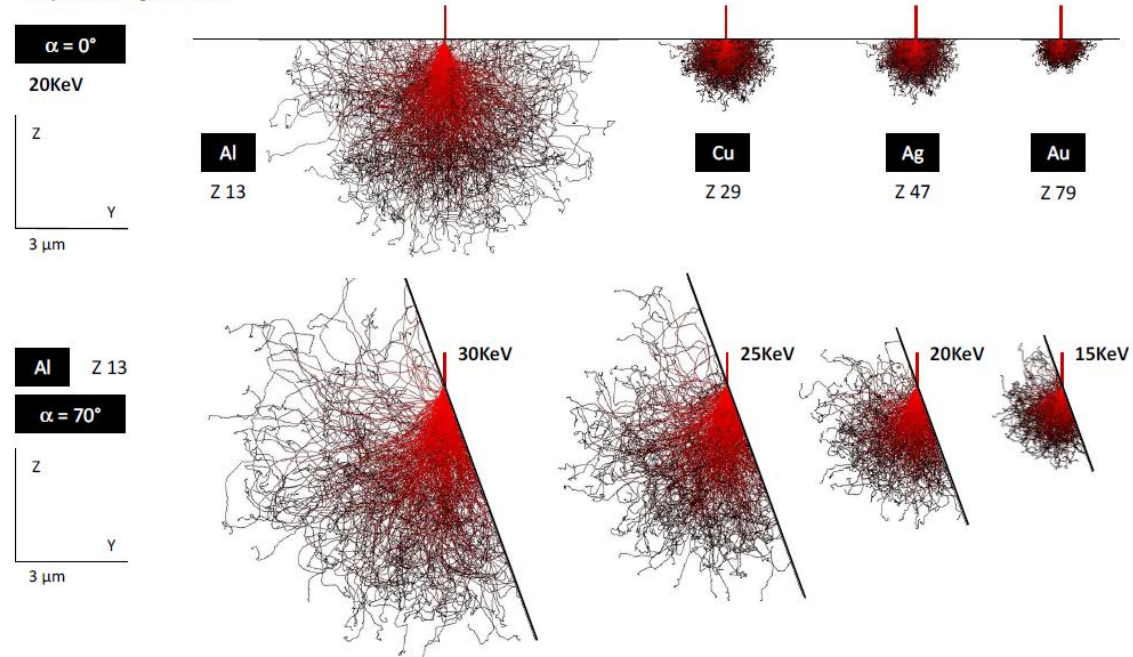
Considérations sur le EBSD



- Exemple : échantillons de rails soumis à cycles de contact roulant
- EBSD : mesure d'indicateurs de l'évolution microstructurale (taille des grains, facteur de forme, désorientation, ...)
- TKD : mêmes informations que le EBSD, résolution spatiale améliorée

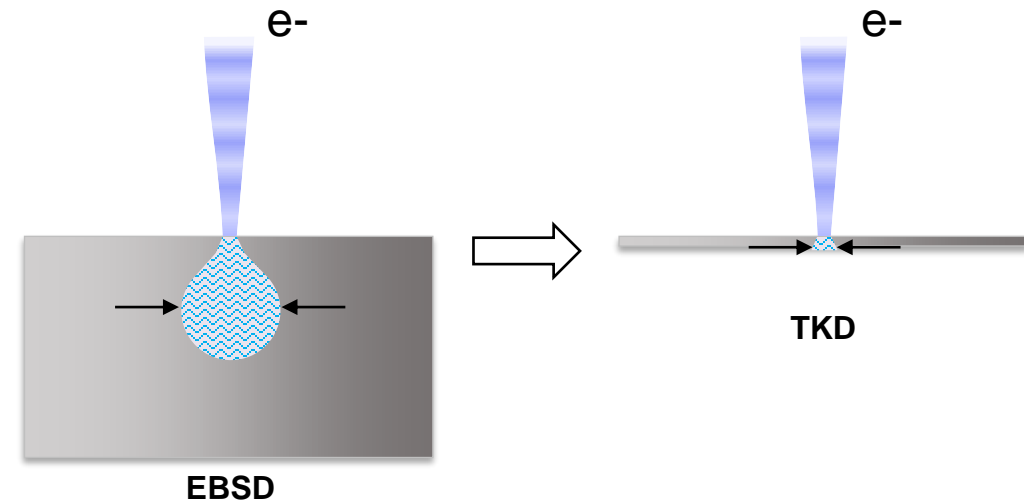
Résolution en EBSD

K. Kanda (Hitachi Ltd), programme freeware développé à partir des algorithmes de David C. Joy, 500 trajectoires
Simple scattering simulation

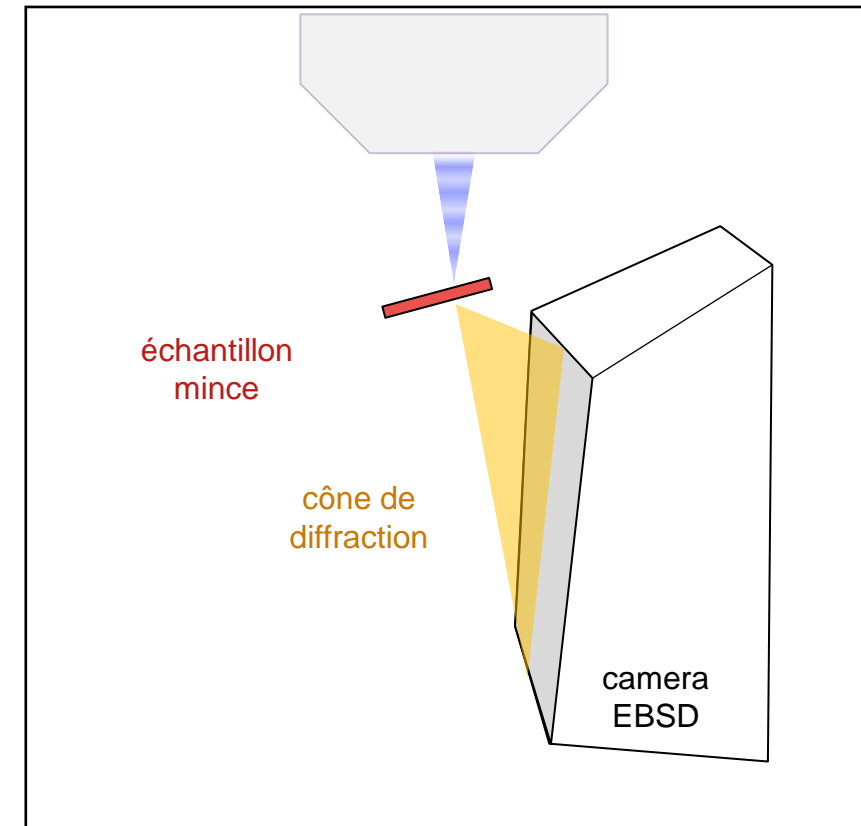
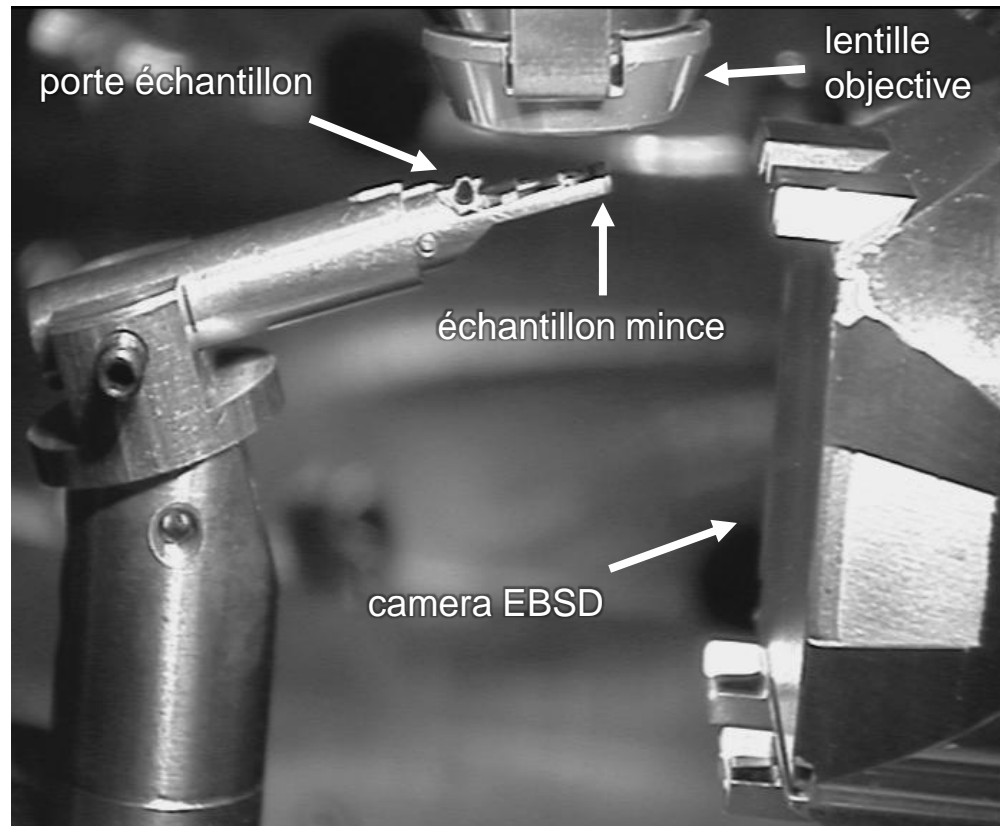


Nombre Atomique \nearrow Résolution \nearrow

Tension d'accélération \nearrow Résolution \searrow

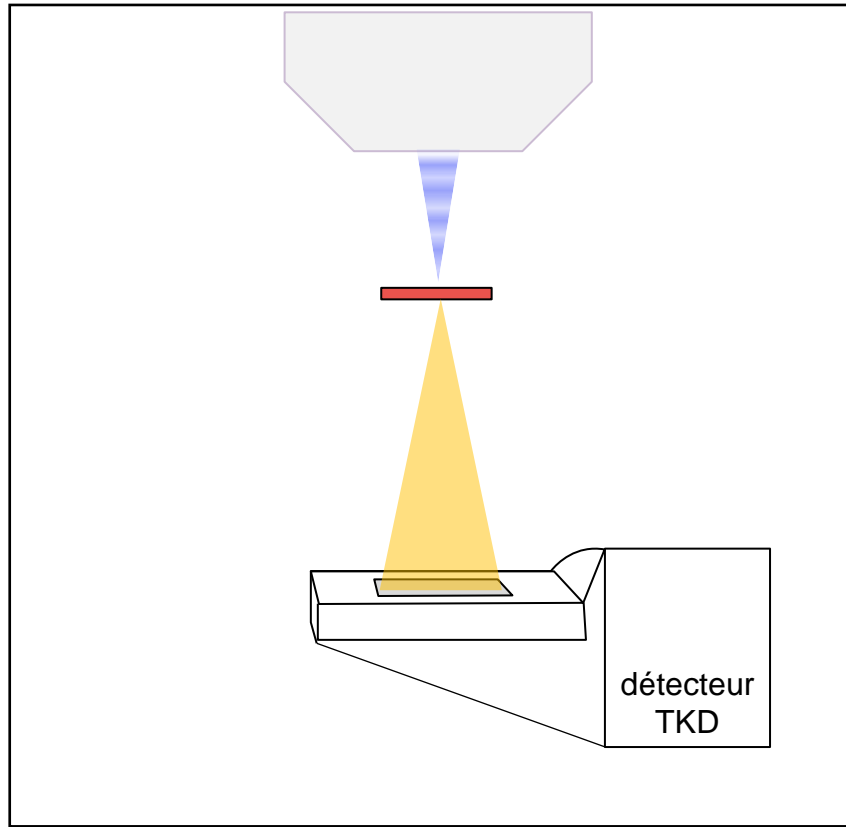


Le mode diffraction en transmission dans le MEB

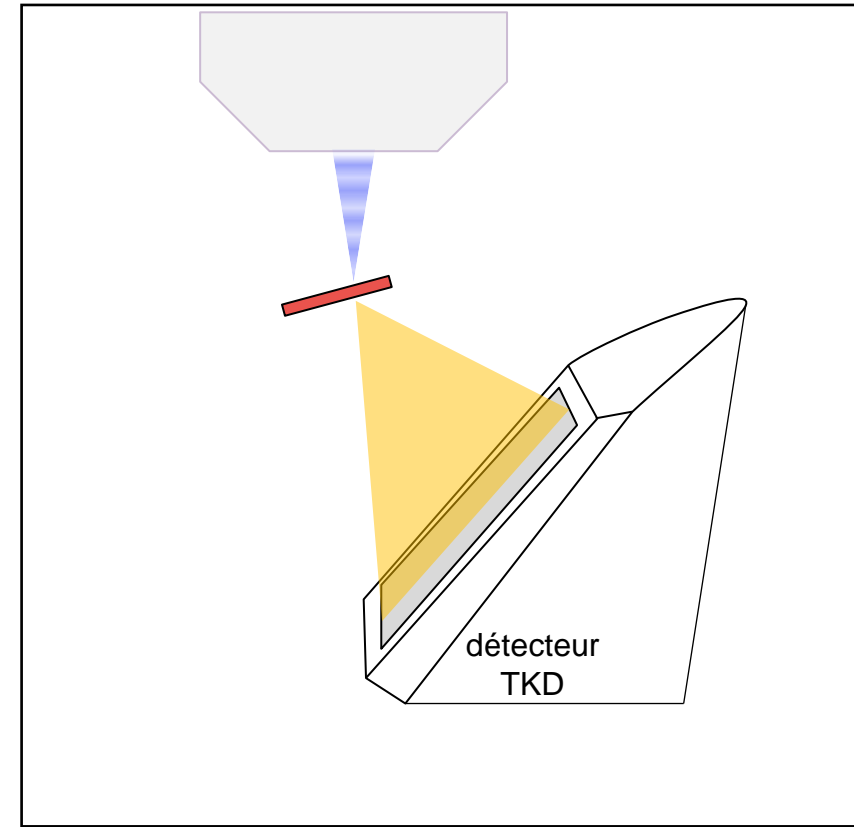


- TKD « OFF Axis » : même configuration que le EBSD traditionnel

Le mode diffraction en transmission dans le MEB

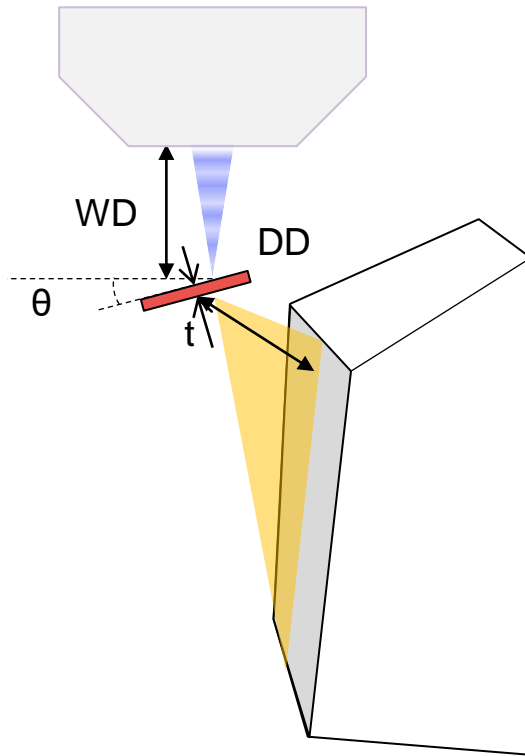


TKD On axis



TKD Near axis

Choix des conditions opératoires



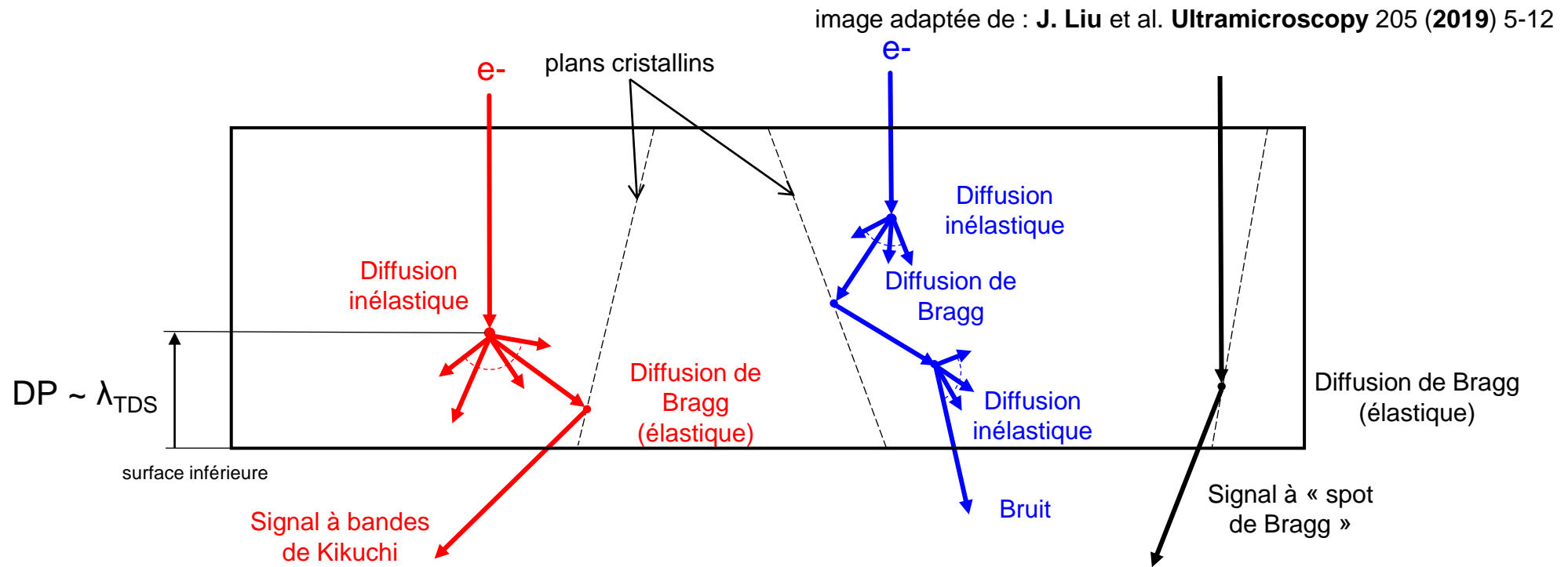
➤ Géométrie :

- **Distance de travail WD** : qualité des clichés de diffraction
- **Distance du détecteur** : qualité des clichés de diffraction
- **Retro-tilt θ** : centrage du motif de diffraction, qualité des clichés de diffraction, résolution latérale
- **Epaisseur de l'échantillon** : résolution latérale, résolution en profondeur, qualité des clichés

➤ Faisceau :

- **Tension d'accélération** : résolution latérale, qualité des clichés, dérive

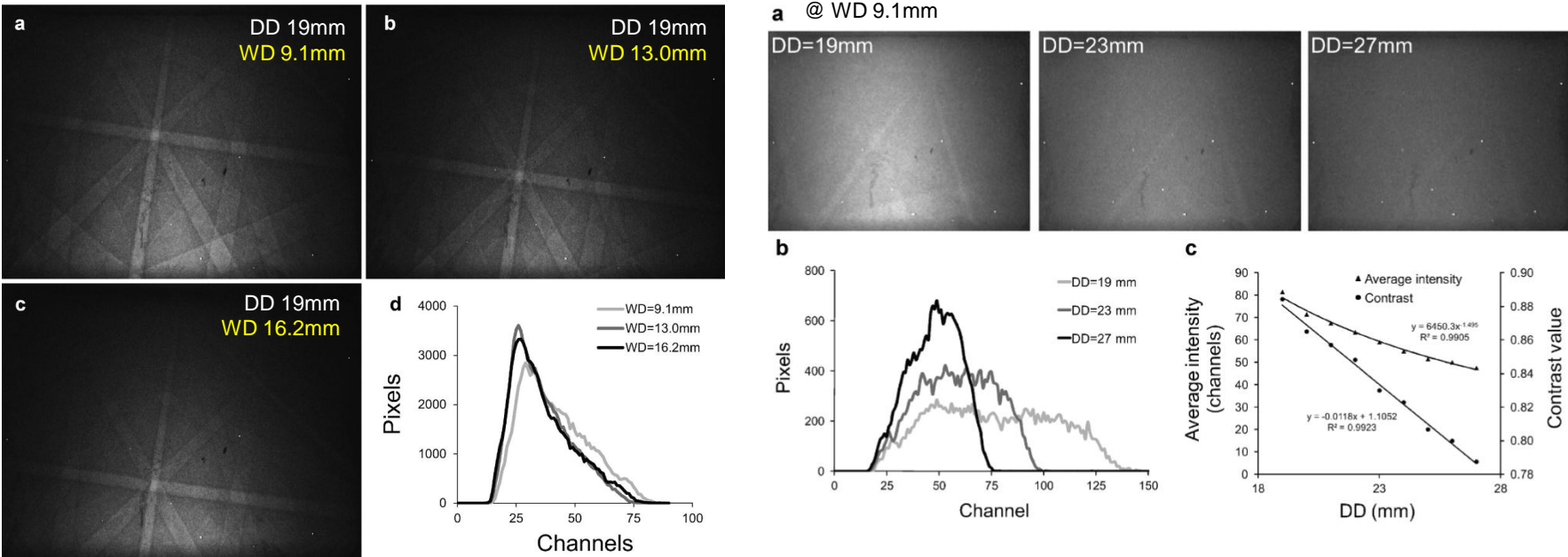
Origine du signal



- Les électrons qui, avant de sortir, ont subi une diffusion inélastique suivie d'une élastique, contribuent à la formation des bandes de Kikuchi.
- Profondeur de la région d'où le signal a origine : *Depth resolution*, $DP = 10 \text{ nm} - 80 \text{ nm}$ en fonction de **Z** et **kV**

Distance de travail (WD) et distance du détecteur (DD)

- La géométrie de détection (WD, DD) contrôle l'intensité et le contraste des clichés de diffraction
- WD = 5 mm – 10 mm
- DD = 15 – 25 mm



N. Brodusch, *Scanning*, 2013 : effets de WD et DD sur la qualité des clichés de diffraction (alliages de Al-Mg et Al-Li)

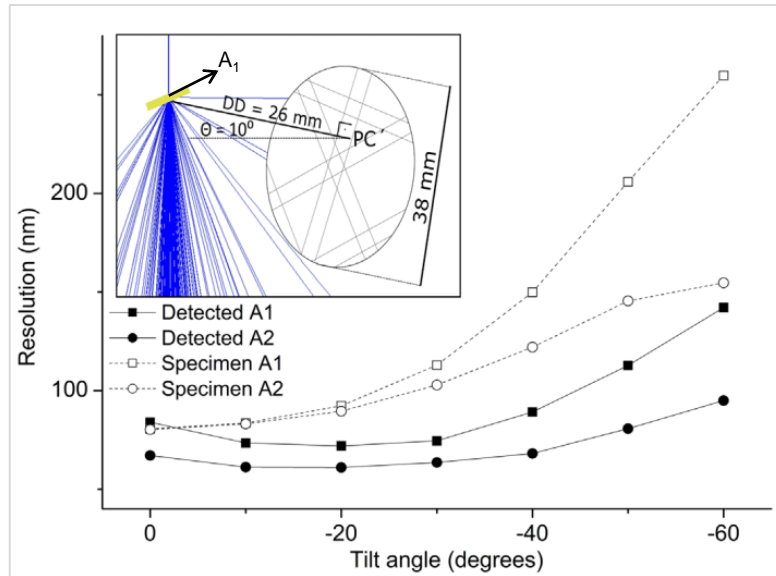
- Optimisation de la distance de travail WD en fonction de Z: dépendance forte de la diffusion élastique au numéro atomique ($\sigma \propto Z^{1.64}$)

Z	distribution angulaire	Recommandation WD-DD
Faible Z	angles de diffusion étroits	WD court + DD court priorité : maximiser la collecte d'électrons [N. Brodusch, <i>Scanning</i> , 2013]
Haut Z	angles de diffusion larges	WD plus longues sont possibles priorité : porter le centre du motif à l'intérieur du détecteur pour améliorer la fiabilité d'indexation

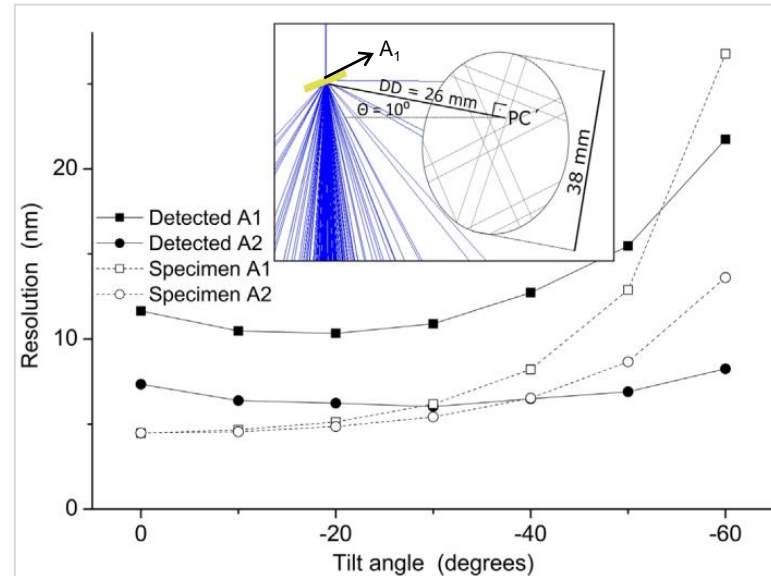
Inclinaison de l'échantillon

- L'angle d'inclinaison contrôle l'intensité du signal et la résolution latérale :
 - Amélioration du rapport Signal/Bruit
 - Centrage du motif à l'intérieur du détecteur → meilleure fiabilité d'indexation
 - Réduction des effets d'ombrage
 - Augmentation de l'épaisseur effectif de l'échantillon → quoi de la résolution latérale ?

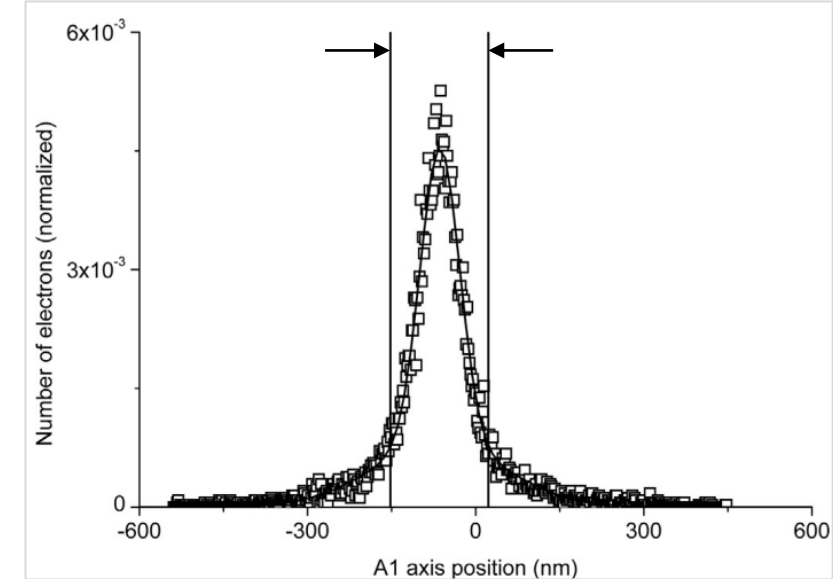
Au
épaisseur 100 nm



Au
épaisseur 26 nm



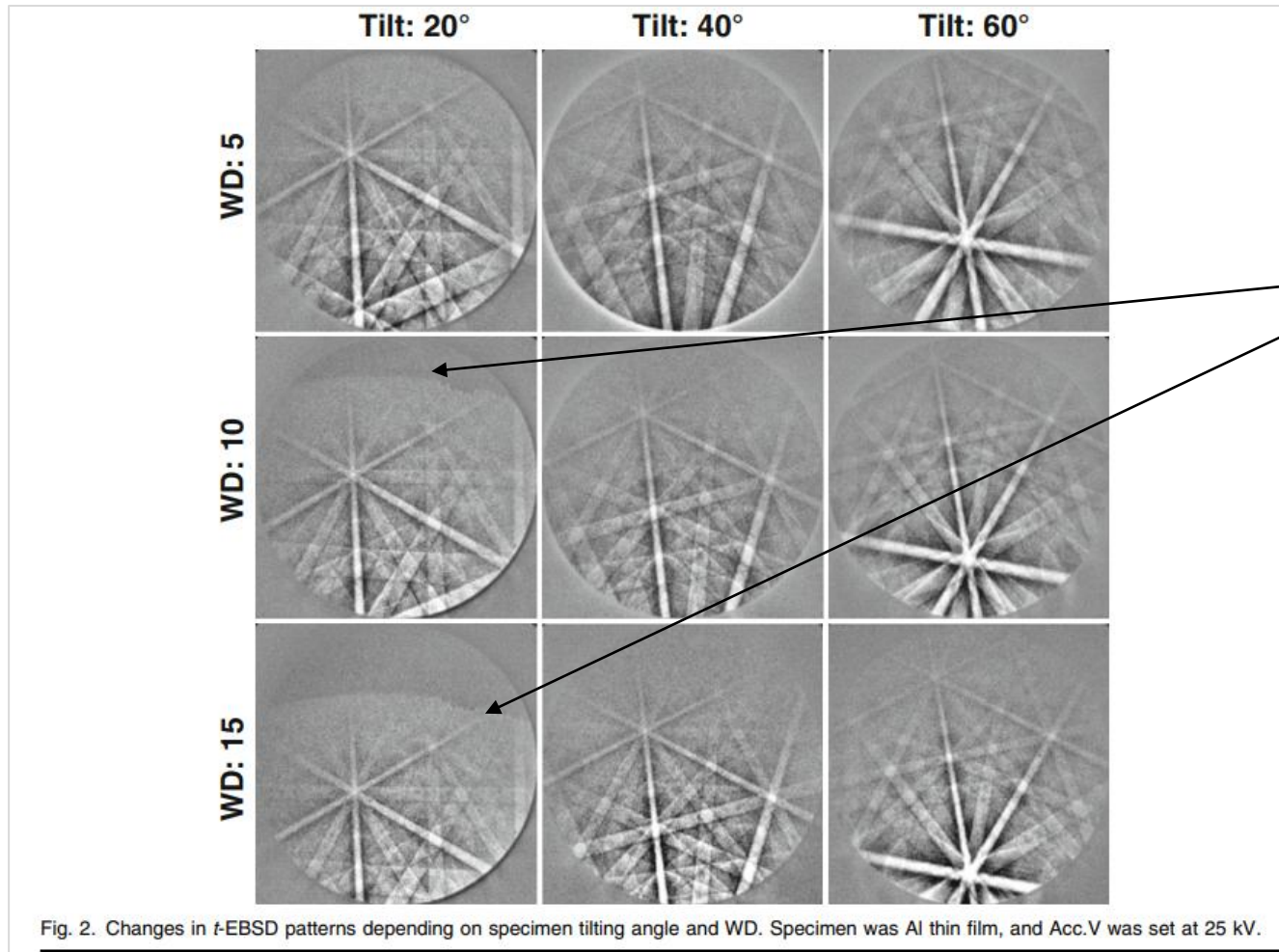
résolution latérale en fonction de la
distribution des électrons :



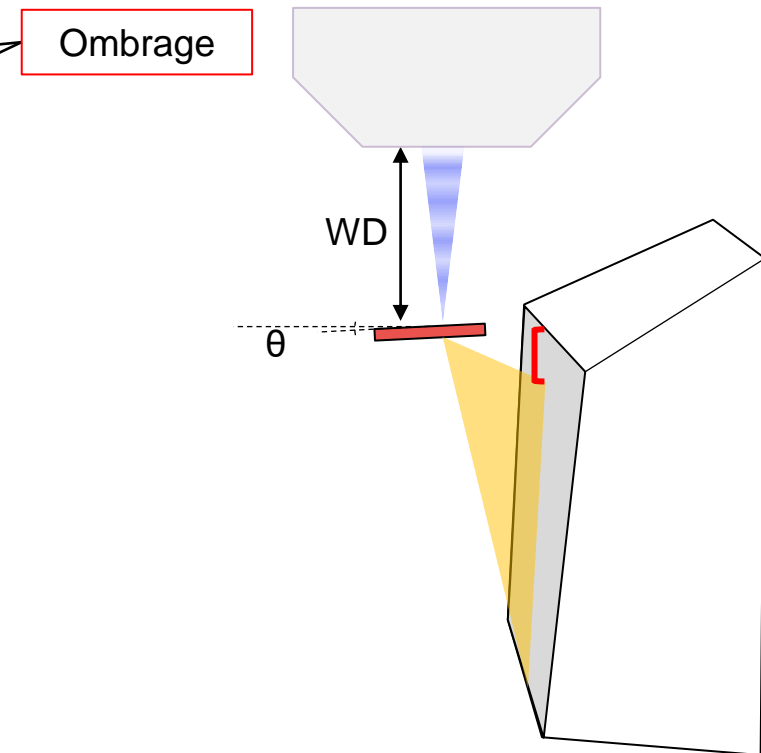
- R. van Bremen et al., *Ultramicroscopy* (2016) : simulations Monte Carlo:
 - L'angle de tilt augmente l'épaisseur effectif de l'échantillon → **dégradation de la résolution latérale mesurée à la sortie de l'échantillon**
 - **amélioration de la résolution au détecteur**

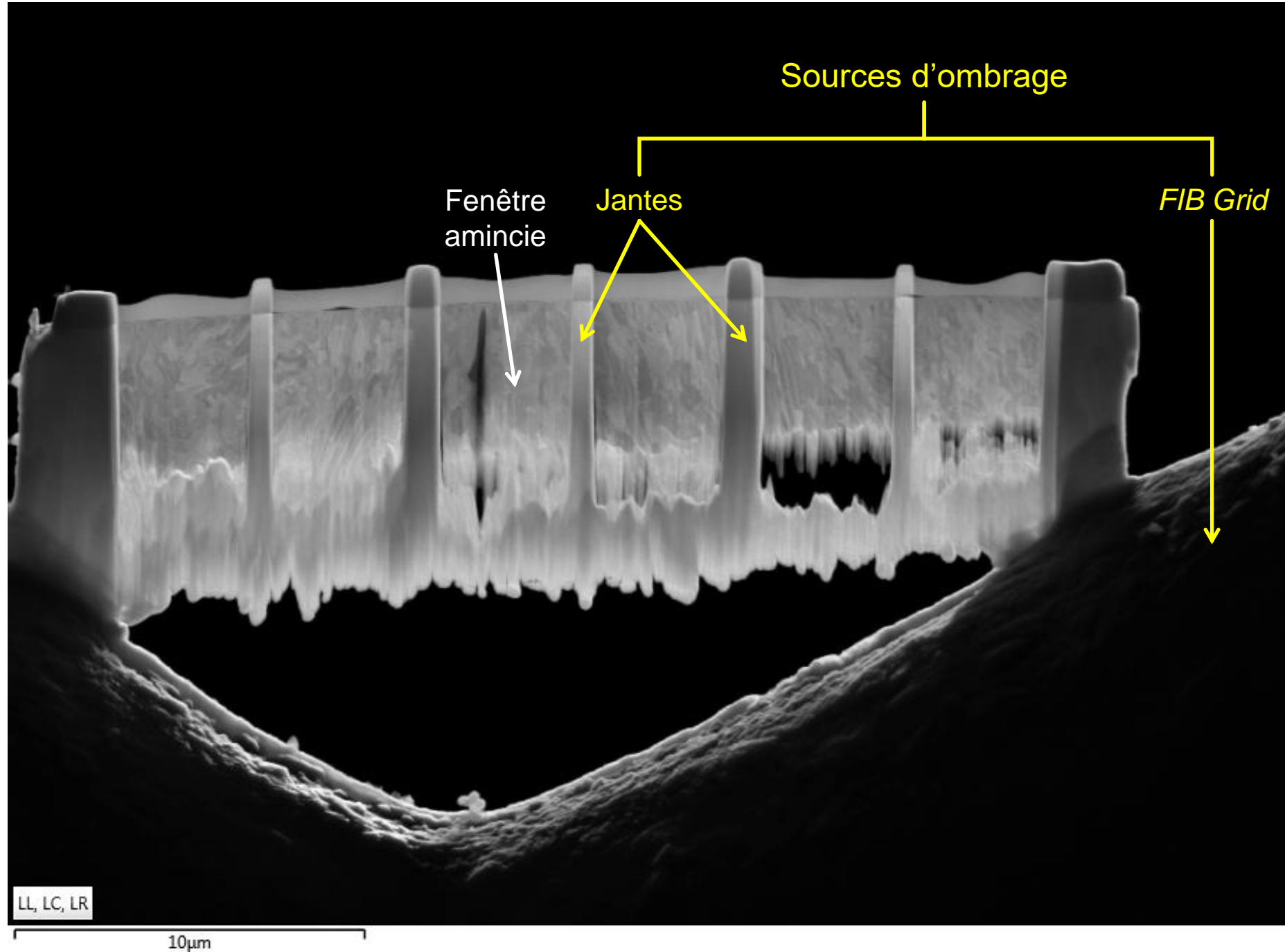
Inclinaison de l'échantillon

- L'angle d'inclinaison contrôle l'intensité du signal et la résolution latérale :
 - Amélioration du rapport Signal/Bruit
 - Centrage du motif à l'intérieur du détecteur → meilleure fiabilité d'indexation
 - Réduction des effets d'ombrage
 - Augmentation de l'épaisseur effectif de l'échantillon → quoi de la résolution latérale ?



- S. Suzuki, *JOM* (2013) : WD et rétro-tilt recommandés : 5mm / $-30^\circ \div -40^\circ$
- (concerné uniquement à l'intensité di signal, tendance à utiliser angles entre 0° et -20° pour privilège la résolution)





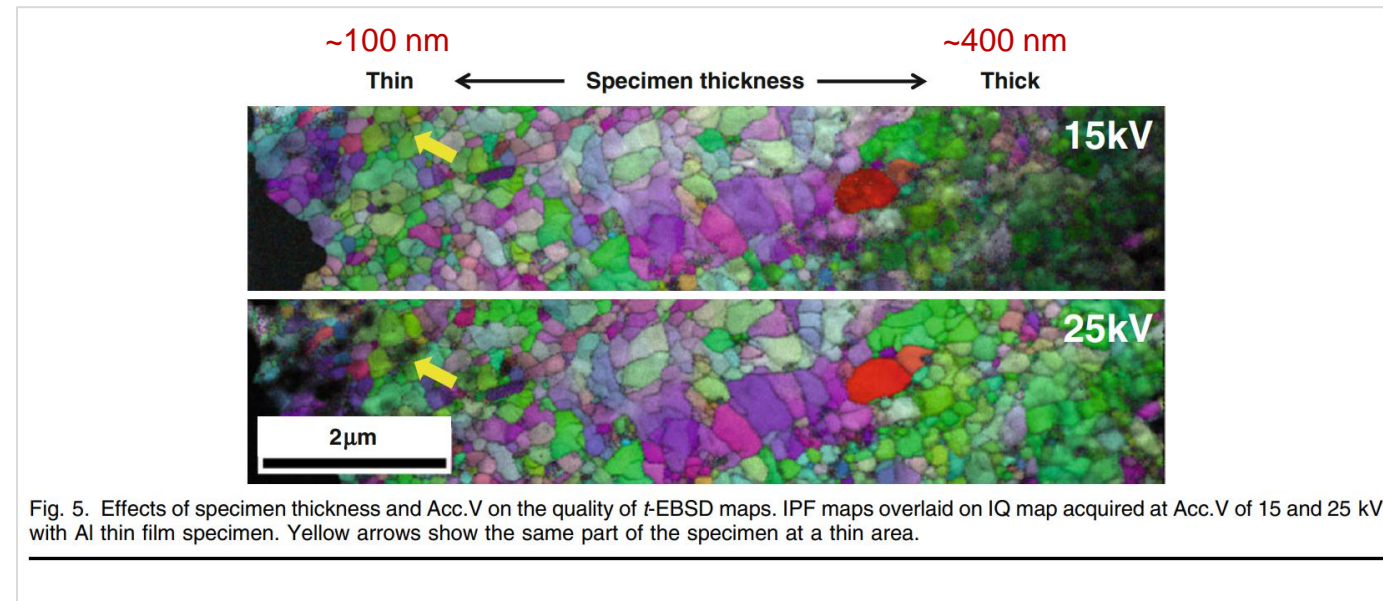
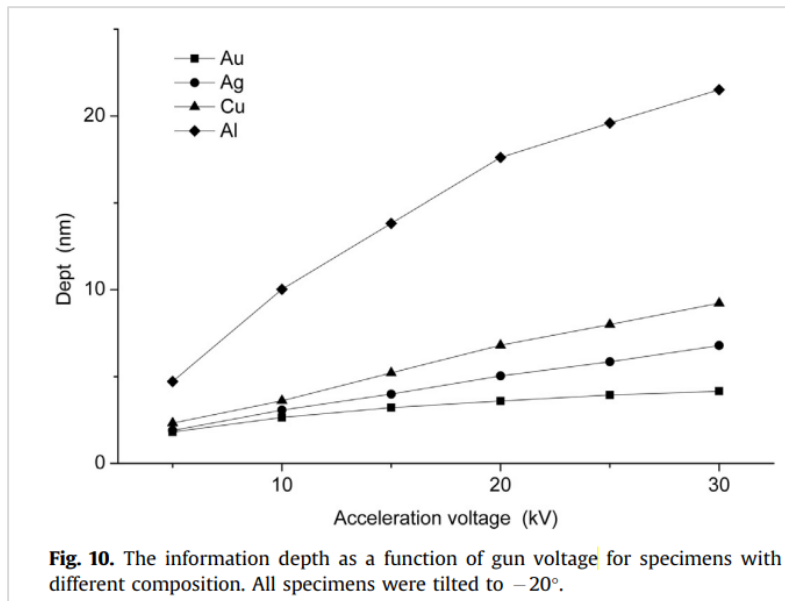
Tension d'accélération

- étalement du faisceau d'électrons [Gauvin & Rudinsky, *Ultramicro.*, 2016] :

$$b \propto \frac{t^{1,5}}{E}$$

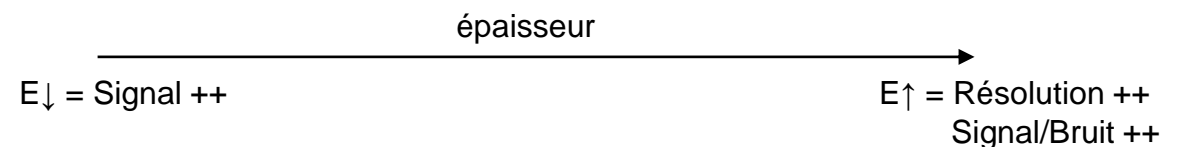
épaisseur
tension acc.

- Meilleure résolution latérale à des tensions d'accélération majeures (étalement du faisceau faible)
- Quoi de la qualité des motif de diffraction ?



- R. van Bremen et al., *Ultramicroscopy* (2016) : le signal a origine à des profondeurs croissantes avec la tension

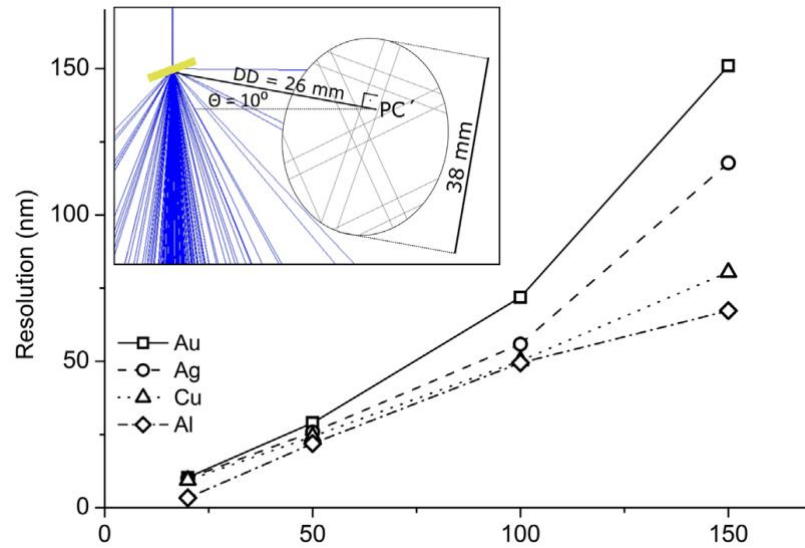
- S. Suzuki, *JOM* (2013) : effet couplé de l'épaisseur de l'échantillon et de la tension d'accélération (compromis résolution – signal)



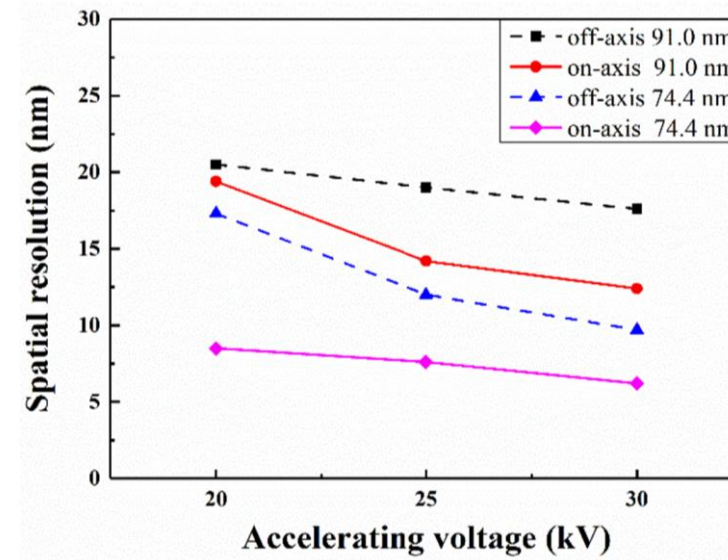
Effet de l'épaisseur

- Effet sur la résolution latérale

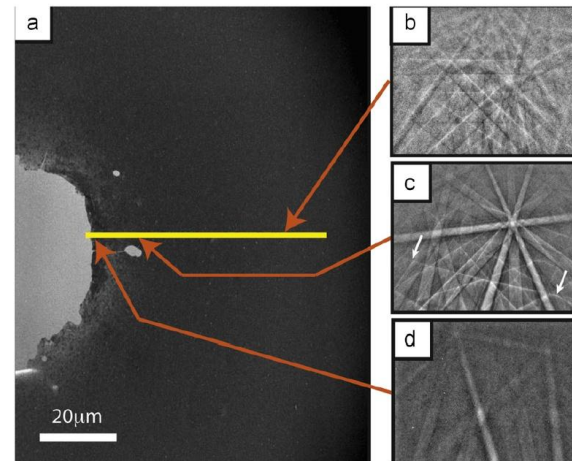
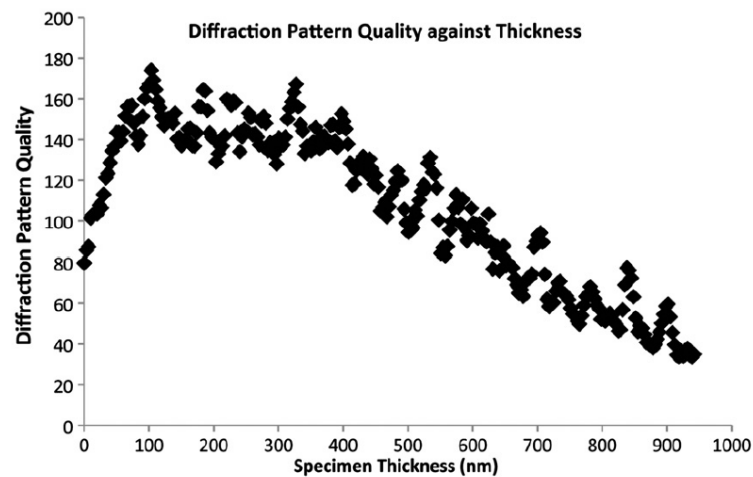
R. van Bremen et al., *Ultramicroscopy* (2016) (théorique)



Shen, *Applied Science* (2019) : expérimentale



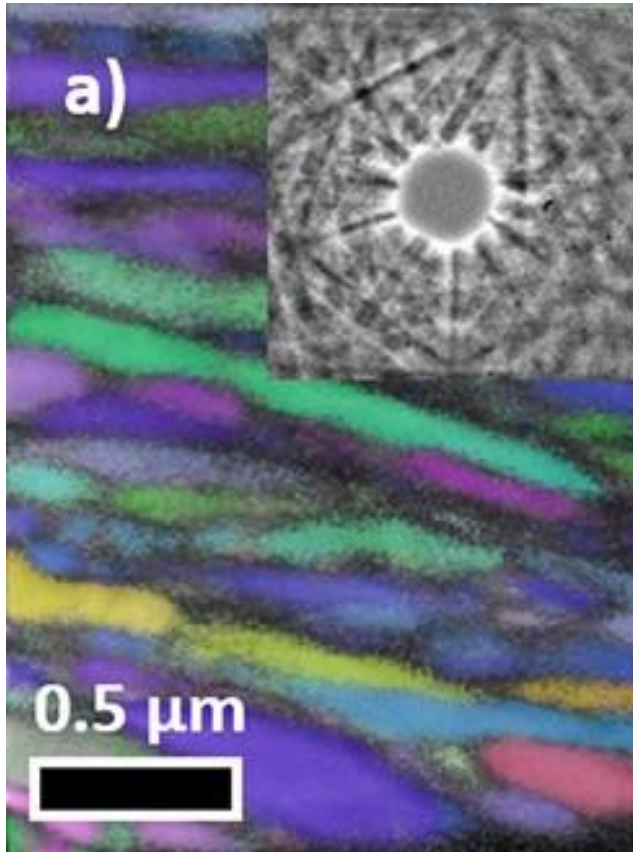
- P. Trimby, *Ultramicroscopy* (2012) : effet de l'épaisseur sur l'intensité du signal



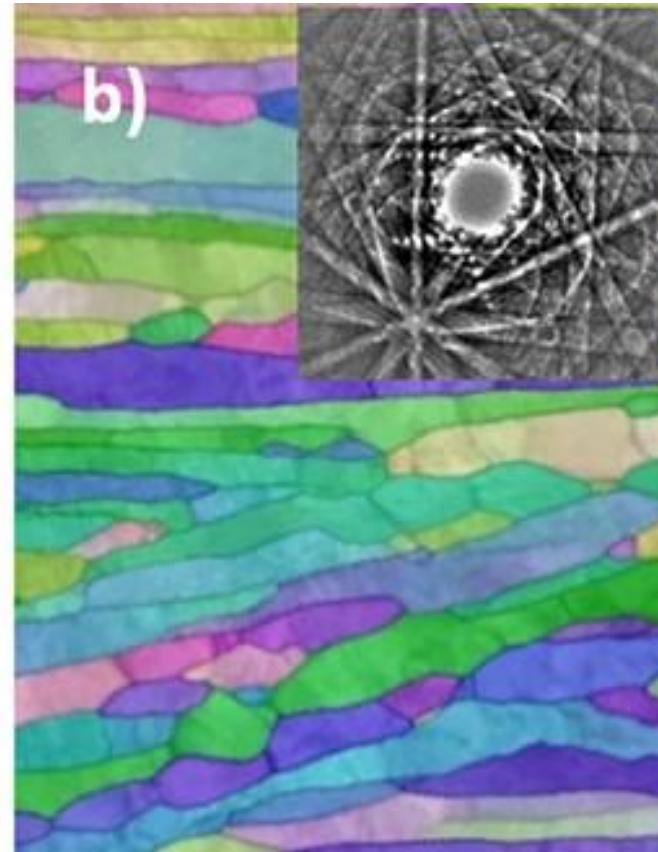
Conséquences de la profondeur de pénétration

- Le signal a origine dans une région près de la surface de sortie

- Sensibilité à la finition de surface (contamination, amorphisation après FIB, épaisseur non uniforme)



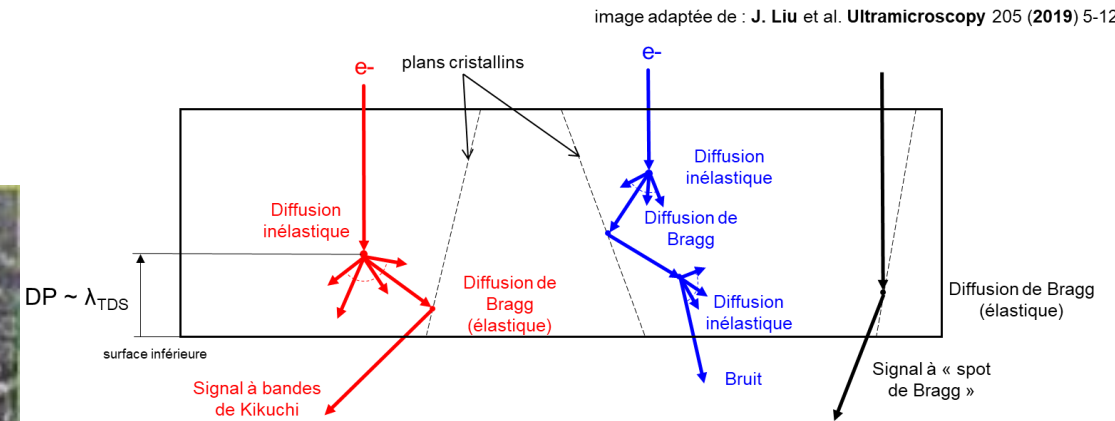
FIB milling Ga 5kV



CIB milling Ar 500eV

P. Nowakowski et al., *Micros. Microanal.* (2023)

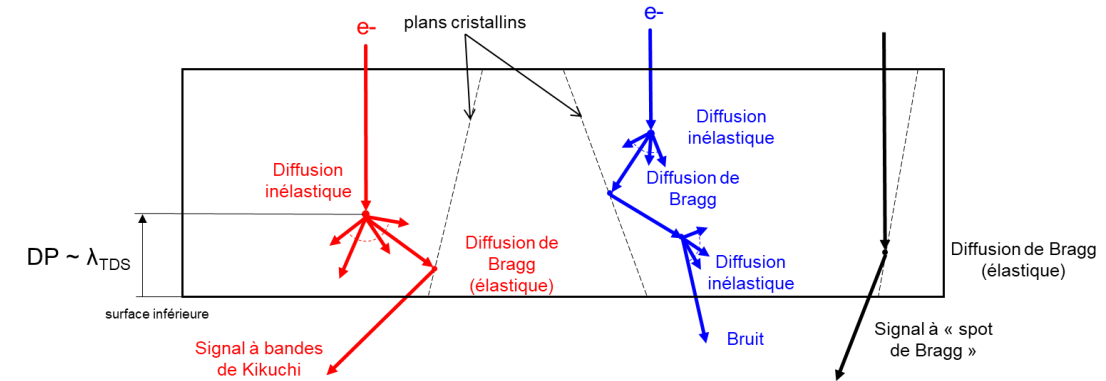
configuration TKD On-axis



Conséquences de la profondeur de pénétration

- Le signal a origine dans une région près de la surface de sortie
 - Sensibilité à la finition de surface (contamination, amorphisation après FIB, épaisseur non uniforme)
 - Indexation des grains près de la surface de sortie

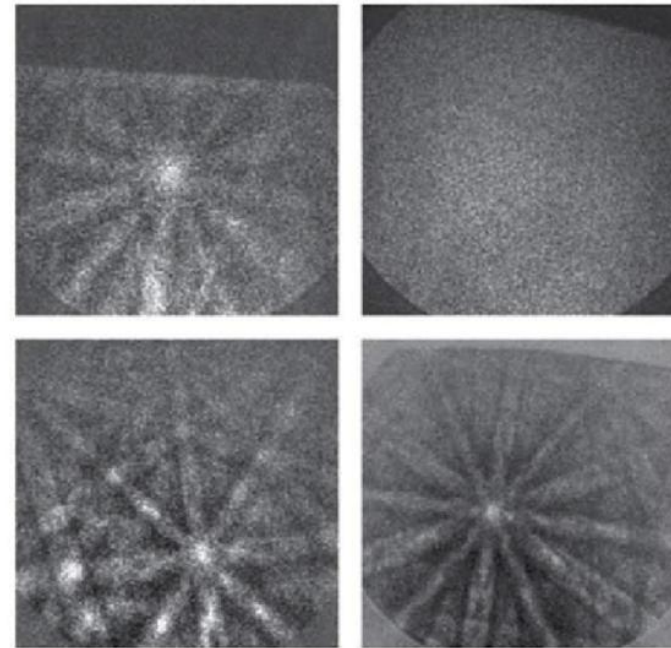
image adaptée de : J. Liu et al. *Ultramicroscopy* 205 (2019) 5-12



Experiment: Au film on amorphous Si_3N_4 membranes

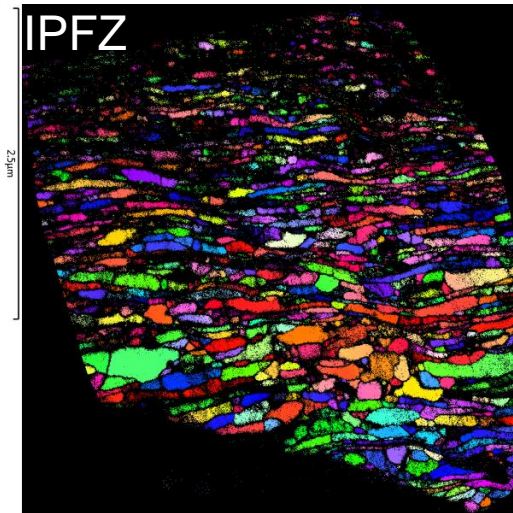
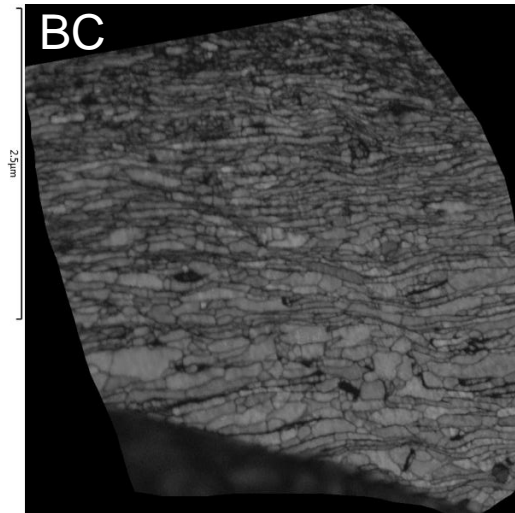
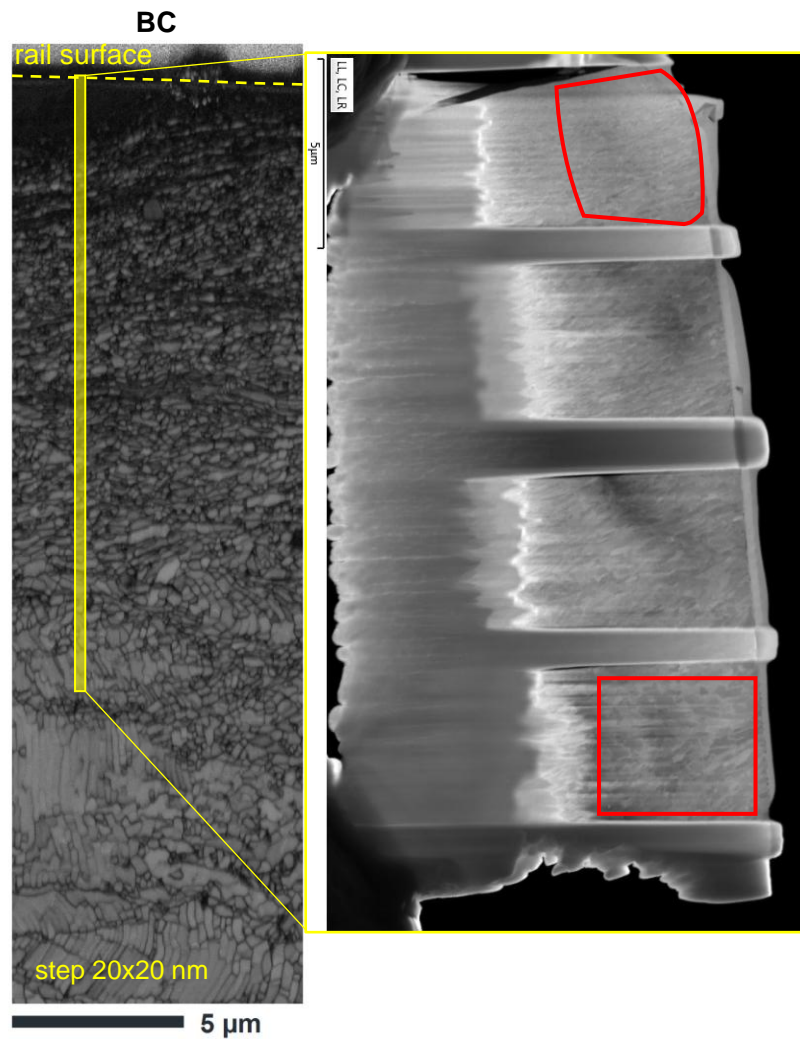
10 nm Au/
20 nm Si_3N_4

10 nm Au/
50 nm Si_3N_4



épaisseur couche amorphe

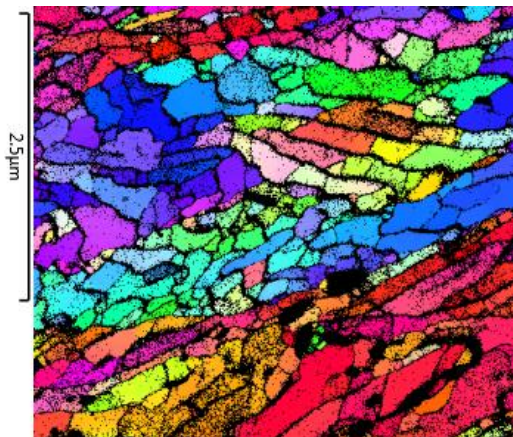
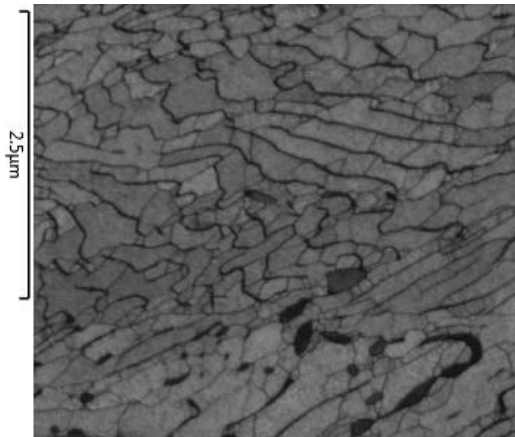
Exemple d'analyse TKD



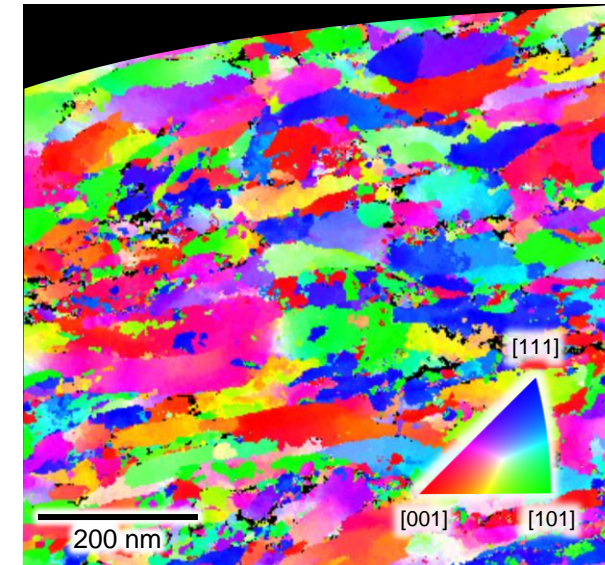
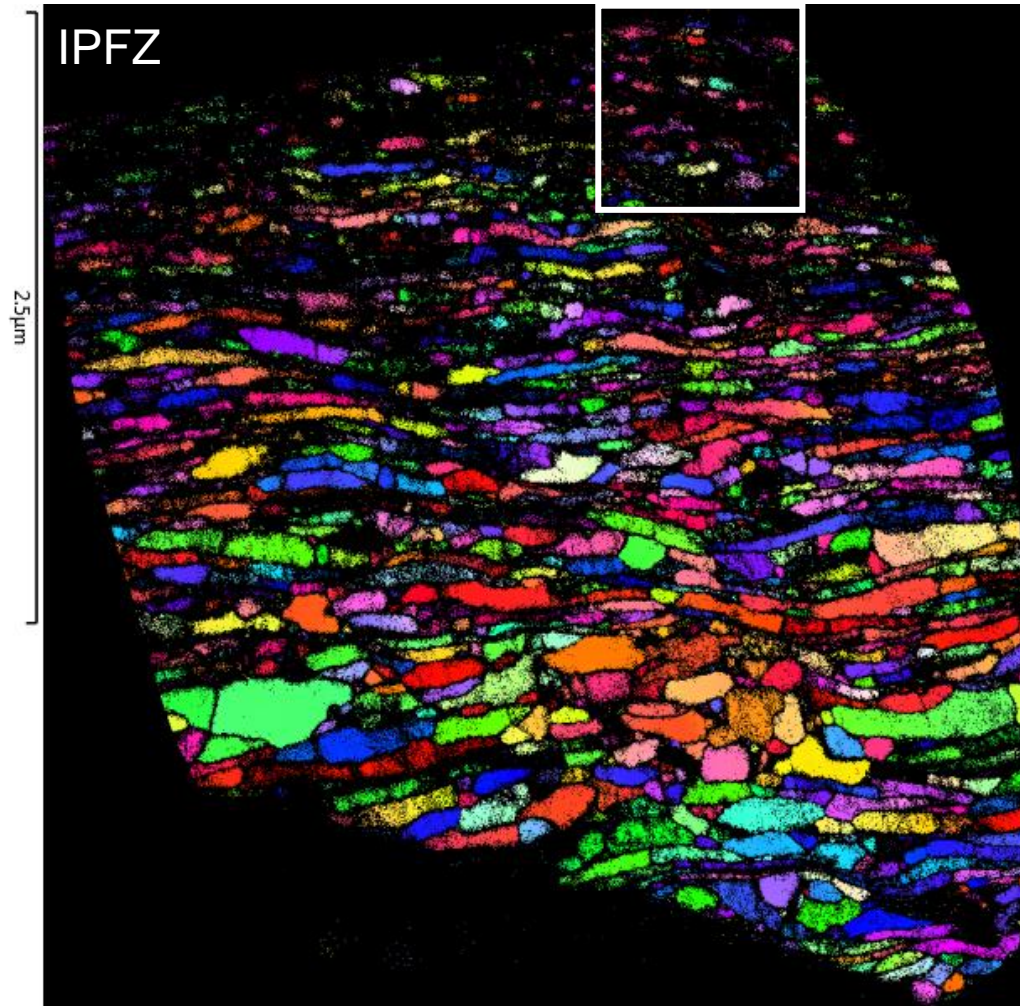
HT: 30kV
WD : 4mm
Tilt : 20°
Aperture : 30μm
Step size 4nm

- Ombrage
- Surface non optimisée

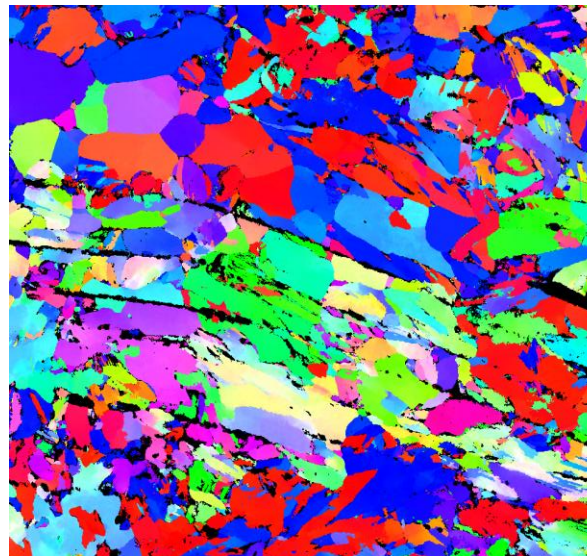
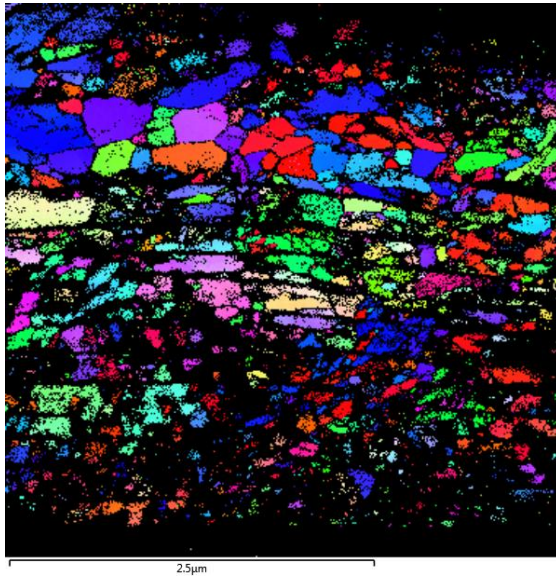
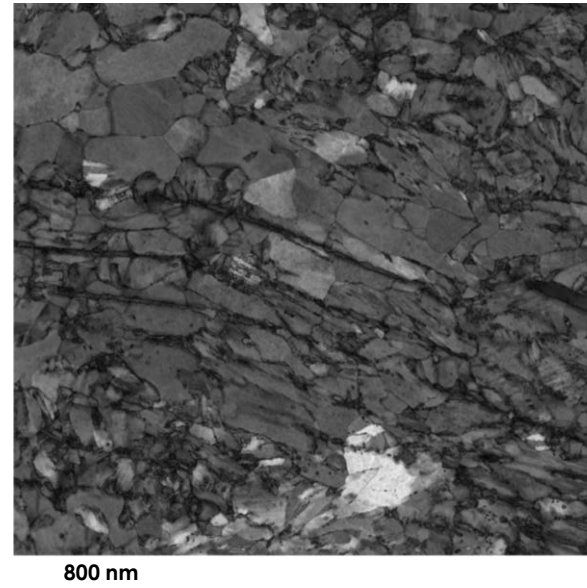
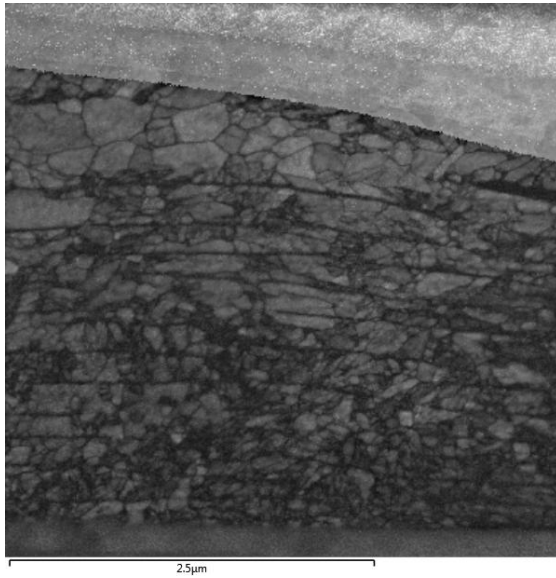
↓
indexation 23%



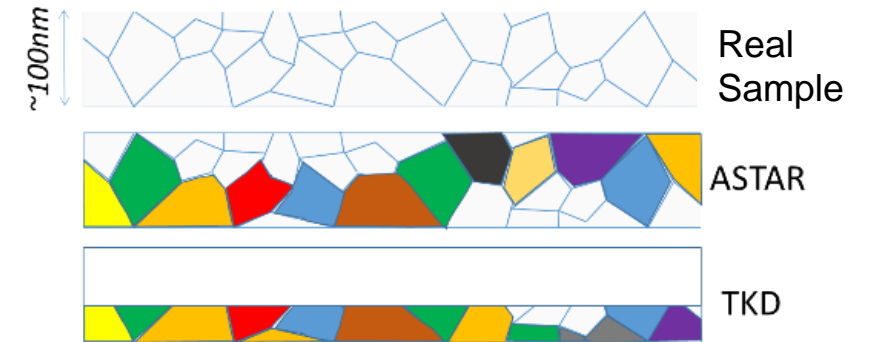
Comparaison TKD – ACOM-TEM



Comparaison TKD – ACOM-TEM



- Les orientations mesurées sont différentes entre ACOM TEM et TKD
- Tous les pixels sont indexés lorsque TKD ne donne aucune indexation si le paramètre la qualité des clichés est trop faible.
- Haut densité de défaut dégrade le signal en TKD (dans l'exemple : microstructure des acier des rails endommagés)



crédit: Sophie Cazottes

Bibliographie

1. Brodu, E., Bouzy, E., & Fundenberger, J.-J. (2017). On-axis Transmission Kikuchi Diffraction for Orientation Mapping of Nanocrystalline Materials in the SEM. *Microscopy and Microanalysis*, 23(S1), 530-531. <https://doi.org/10.1017/S1431927617003336>
2. Brodusch, N., Demers, H., Trudeau, M., & Gauvin, R. (2013). Acquisition parameters optimization of a transmission electron forward scatter diffraction system in a cold-field emission scanning electron microscope for nanomaterials characterization. *Scanning*, 35(6), 375-386. <https://doi.org/10.1002/sca.21078>
3. Keller, R. r., & Geiss, R. h. (2012). Transmission EBSD from 10 nm domains in a scanning electron microscope. *Journal of Microscopy*, 245(3), 245-251. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2011.03566.x>
4. Liu, J., Lozano-Perez, S., Wilkinson, A. J., & Grovenor, C. R. M. (2019). On the depth resolution of transmission Kikuchi diffraction (TKD) analysis. *Ultramicroscopy*, 205, 5-12. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2019.06.003>
5. Nowakowski, P., Bonifacio, C., Ray, M., & Fischione, P. (2023). Improved Sample Preparation Technique for Transmission Kikuchi Diffraction (TKD) Analyses Allows Large Area Data Acquisition. *Microscopy and Microanalysis*, 29(Supplement_1), 134-135. <https://doi.org/10.1093/micmic/ozad067.060>
6. Sneddon, G. C., Trimby, P. W., & Cairney, J. M. (2016). Transmission Kikuchi diffraction in a scanning electron microscope : A review. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 110, 1-12. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2016.10.001>
7. Suzuki, S. (2013). Features of Transmission EBSD and its Application. *JOM*, 65(9), 1254-1263. <https://doi.org/10.1007/s11837-013-0700-6>
8. Trimby, P. W. (2012). Orientation mapping of nanostructured materials using transmission Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope. *Ultramicroscopy*, 120, 16-24. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2012.06.004>
9. van Bremen, R., Ribas Gomes, D., de Jeer, L. T. H., Ocelík, V., & De Hosson, J. T. M. (2016). On the optimum resolution of transmission-electron backscattered diffraction (t-EBSD). *Ultramicroscopy*, 160, 256-264. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2015.10.025>