

ECOLE D'ETE GN-MEBA
 Microscopie Electronique à
 Balayage et Microanalyses

DIFFRACTION DES ELECTRONS RETRODIFFUSES
 Quelques principes de base et des applications

François Brisset
 CNRS – Université Paris-Sud – ICMMO

Organisation : 

Supports techniques : 


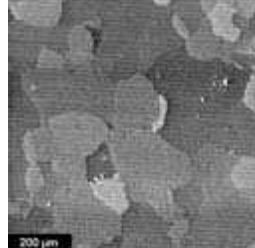
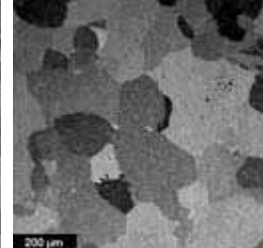
Autres supports : 

L'EBSD (Electron BackScattered Diffraction) est une technique automatique basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés majoritairement dans un microscope électronique à balayage (MEB), mais parfois aussi sur des microsondes Auger et historiquement de Castaing.

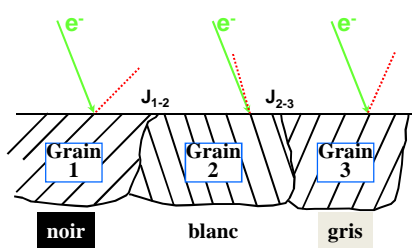
Plan

- Introduction à l'EBSD
- Exemples d'application
- Nouveaux développements

Electrons rétrodiffusés

SE AED BSE
Alliage de Ni (mêmes conditions d'acquisition)




Incidence variable par rapport aux différents plans cristallins

↓

coefficients de rétrodiffusion différents

→ Information qualitative ...

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



... l'information quantitative va être obtenue grâce à l'EBSD

Dépôt PVD

Matériaux partiellement recristallisés

Coquilles

Semi-conducteurs

Roches et météorites

Verres


3D

Matériaux multiphasés

Essais in-situ

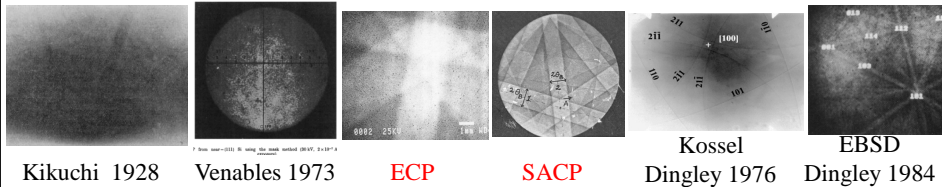
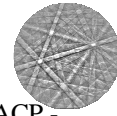
■ Alumina	■ Monoclinic Zirconium Oxide
■ Erbium Oxide	■ Tetragonal Zirconium Oxide
■ Titanium	

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Historique

- **1928** Kikuchi..., 1954 Alam...,
- **1967-1976** Mise en évidence des lignes de pseudo Kikuchi (Coates – SACP - 10 μ m) et diffraction de Kossel (Dingley – X-ray - 10 μ m) dans un MEB.
- **1973-1980** Diffraction des électrons dans MEB (Venables, Dingley, Krieger-Lassen...).
- **1981** Papier comparant les 3 techniques sur un même échantillon polycristallin (Dingley).
 → EBSD (ou BKP) semblait alors plus prometteuse :
 - meilleure résolution spatiale
 - large angle de collection des clichés – permet étude de structures complexes (basse symétrie).



Kikuchi 1928

Venables 1973

ECP

SACP

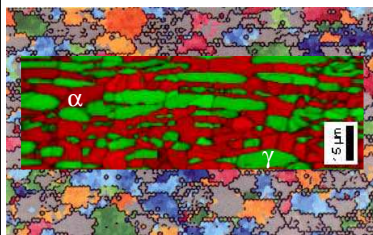
Kossel
Dingley 1976EBSD
Dingley 1984

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Historique

- **1982-1989** Base de l'indexation par ordinateur, contrôle caméra SIT, communication avec MEB, indexation de cristaux de basse symétrie.
- **1989** Installation du 1^{er} système à Orsay sur microsonde (pointer les axes de zone).
- **1990** Utilisation des lignes de Kikuchi (et non plus la position des axes de zone pour l'indexation).
- **1992** Utilisation de la transformée de Hough (1962) par Krieger-Lassen.
- **1993** Premières cartographies automatiques par Stuart Wright et Brent Adams.
- **1996** Premières cartographies automatiques indexant les échantillons multiphasés par David Field, Stuart Wright et David Dingley.
- **2001** Première utilisation des caméras CCD numériques.



Une des premières cartographies OIM enregistrée (Al compressé à 40%), pas 1 μ m, 3sec/pt, déplacement platine.



Une des premières cartographies OIM multiphasées (grains d'austénite en bande entre des grains de ferrite), pas 0.5 micron.

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Historique

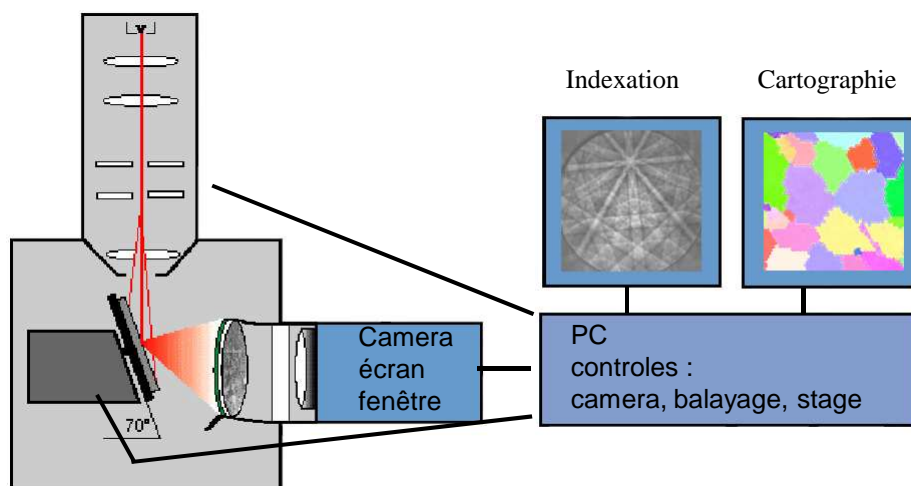
Cameras			10 ⁶ patterns
1990 : 10	sec/pattern	Semi automatic	
1995 : 3	sec/pattern	Fully automatic	35 days
1999 : 3	patterns/sec	166 MHz	4 days
2000 : 10	patterns/sec	300MHz	
2001 : 20	patterns/sec	1GHz	
2002 : 40	patterns/sec	Digital camera + 2GHz	7 hours
2007 : 750	patterns/sec	Dig.cameraGigE	22 min
2009 : 1000	patterns/sec	Dig.cameraGigE	17 min
2012 : 1150	patterns/sec	Dig.cameraGigE	

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Un système EBSD

W, FEG cathode chaude (cold), (LaB6)

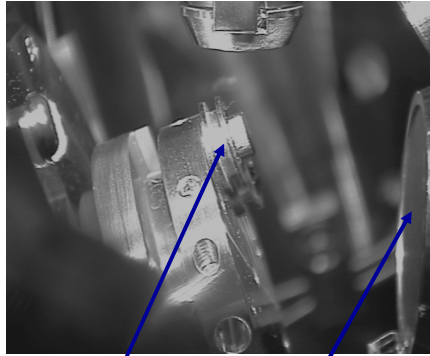


Détecteurs associés possibles : BSE ou FSD, AED et EDS

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Dans la chambre du MEB



Échantillon et
platine inclinée

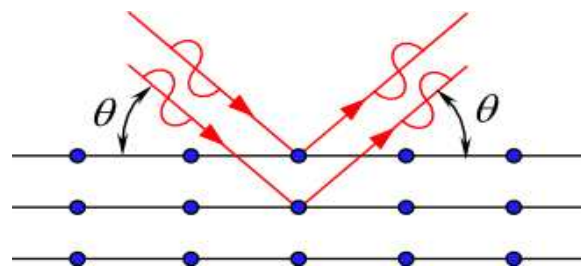
Écran phosphorescent
et détecteurs FSD

- Les clichés EBSD sont obtenus dans le MEB en focalisant un faisceau électronique stationnaire sur un échantillon cristallin.
- L'échantillon doit être incliné approximativement à 70° et le cliché est imagé sur un écran phosphorescent.
- L'image est capturée par une caméra CCD sensible.
- Les bandes du cliché représentent les plans du cristal diffractant.

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



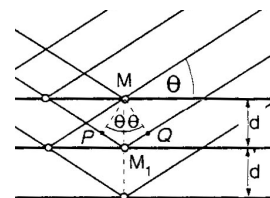
Loi de Bragg



Diffraction des électrons d'un côté des plans cristallins

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$$

λ longueur d'onde,
 d distance inter-réticulaire
 θ angle de diffraction



Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Loi de Bragg

Diffraction des électrons des 2 côtés des plans cristallins

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$$

$\lambda \approx 0.086 \text{ \AA}$ pour e^- à 20 keV
et $d = 2.5 \text{ \AA} \rightarrow$ angles de Bragg $\theta \approx 1^\circ$

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012

Cliché de diffraction

Diffraction a lieu dans toutes les directions à plus ou moins un angle de Bragg

Surfaces générées sont des paires de cônes \rightarrow familles de plans $\{hkl \text{ \& } -h-k-l\}$

Intersection entre les 2 coniques et l'écran donne des paires de lignes appelées bandes de Kikuchi

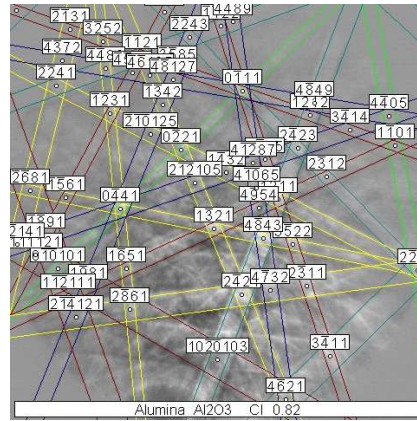
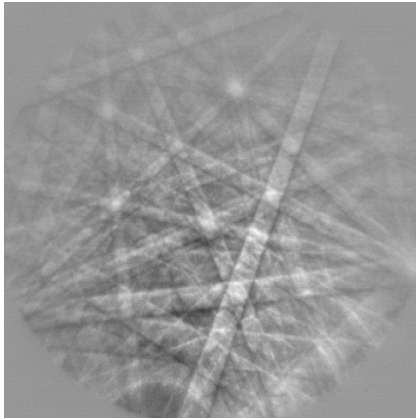
1 bande = 1 famille de plan
Largeur d'une bande = 2θ & pp d
L'intersection de 2 bandes ou + = 1 axe de zone

1 cliché donnera des relations angulaires pour déterminer une orientation

Rouge : 011
Jaune : 020
Verte : 121
Bleue : 031

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012

Indexation d'un cliché EBSD – comment ?

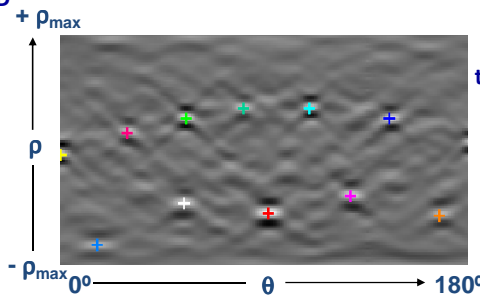
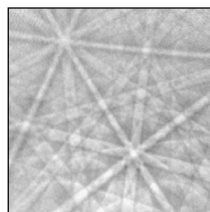


→ Comment aller d'ici à ici.



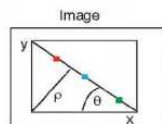
Indexation d'un cliché - transformée de Hough

Acquisition d'un cliché EBSD

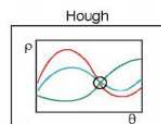


Calcul de la transformée de Hough

Détection des bandes (spots clairs)



A straight line is defined by the ρ and θ



In Hough space a straight line corresponds to a point

$$x \cos \theta + y \sin \theta = \rho$$



Indexation d'un cliché : identification des familles de plans

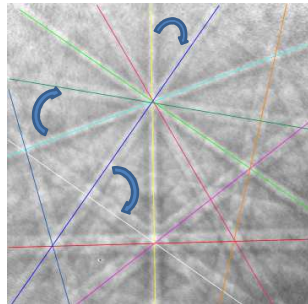
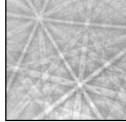


Table I. Interplanar Angle Look-Up Table ($^\circ$)

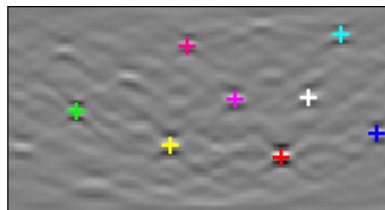
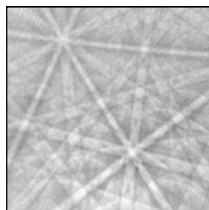
Angle	$(hkl)_1$	$(hkl)_2$
25.24	200	311
29.50	111	311
31.48	220	311
35.10	311	31 $\bar{1}$
35.26	111	220
45.00	200	220
50.48	311	311
54.74	111	200
58.52	111	31 $\bar{1}$
60.00	220	202
62.96	311	13 $\bar{1}$
64.76	220	3 $\bar{1}$ 1
70.53	111	11 $\bar{1}$
72.45	200	131
79.98	111	31 $\bar{1}$
84.78	311	131
90.00	111	220
90.00	200	020
90.00	200	022
90.00	220	113
90.00	220	220

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012

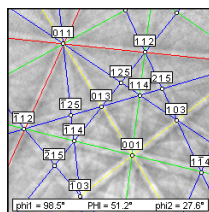


Indexation d'un cliché

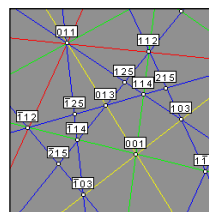
Acquisition d'un cliché EBSD



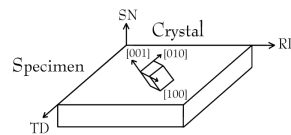
Calcul de la transformée de Hough
Détection des bandes (spot clairs)



La solution de l'orientation cristalline est visible sur le cliché EBSD



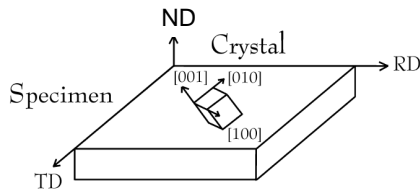
L'indexation est réalisée



Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



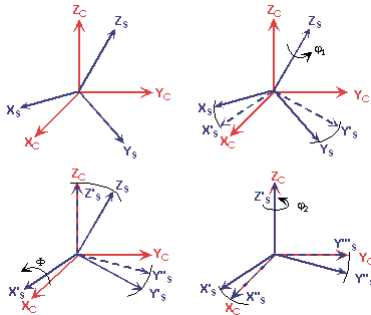
Indexation d'un cliché : orientation



Rolling Dir, Transverse Dir, Normal Dir
 (representation métallurgique)

3 angles d'Euler
 ϕ_1, Φ, ϕ_2

3 angles d'Euler : décrivent les rotations nécessaires pour amener les axes du cristal en coïncidence avec les axes principaux de l'échantillon.



Rotation du cristal ϕ_1 autour de l'axe [001]
 ou axe z du cristal

_____ Φ _____ [100]

ou axe x _____

_____ ϕ_2 _____ [001]

ou axe z _____



Indexation d'un cliché

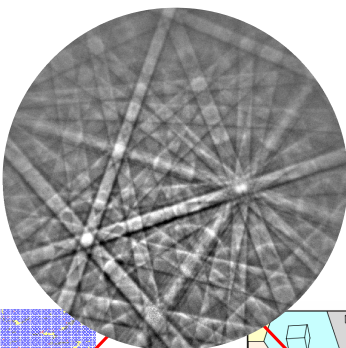
3 angles d'Euler ...
 ϕ_1, Φ, ϕ_2

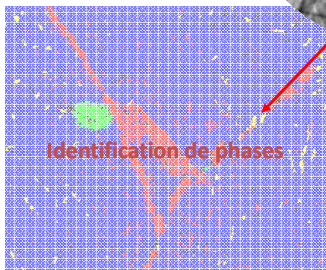
... plus d'autres données
 x, y, IQ, CI, Fit, Phase, etc.

Orientation	x	y	IQ	CI	Fit	Phase
(203.0, 75.6, 39.0)	8.25	3.50	222.2	0.86	0.9	Nickel
(200.4, 72.5, 41.9)	3.25	0.00	189.0	0.57	1.3	Nickel
(89.1, 43.9, 296.4)	3.50	0.00	171.4	0.83	0.8	Nickel
(197.5, 73.0, 40.4)	3.75	0.00	165.7	0.89	0.9	Nickel
(197.5, 73.0, 40.4)	4.00	0.00	157.8	0.89	1.5	Nickel
(90.2, 40.3, 24.0)	4.25	0.00	172.8	0.89	1.6	Nickel
(90.2, 40.3, 24.0)	4.50	0.00	175.2	0.89	0.9	Nickel
(199.5, 74.3, 37.5)	4.75	0.00	155.4	0.26	1.2	Nickel
(93.0, 38.9, 291.8)	5.00	0.00	127.2	0.17	1.7	Nickel
(200.6, 76.8, 36.3)	5.25	0.00	171.7	0.83	1.0	Nickel
(199.3, 76.3, 36.4)	5.50	0.00	170.7	0.89	0.7	Nickel
(199.3, 76.3, 36.4)	5.75	0.00	198.7	0.89	1.5	Nickel
(274.1, 139.7, 15...)	6.00	0.00	164.5	0.31	1.4	Nickel
(304.4, 51.4, 160.9)	6.25	0.00	142.2	0.43	1.1	Nickel

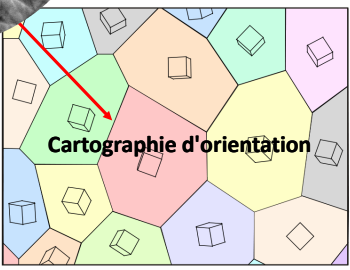


EBSD – "deux" types d'application






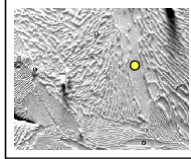
Identification de phases



Cartographie d'orientation

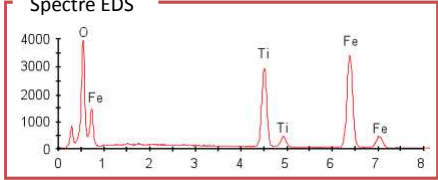
Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012 

Identification de phases




↓

Spectre EDS

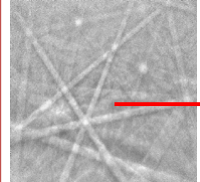
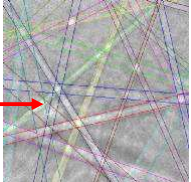


↓

Database



EBSD





Fe₂TiO₄

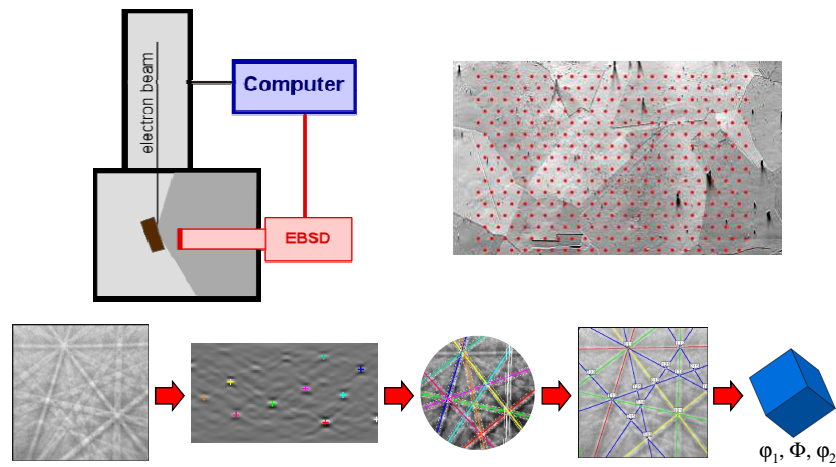
↑

Phases possibles

Fe ₂ TiO ₄	Cubic	a=11.297
Fe-Ti-O	Cubic	a=11.31
Fe ₄ (TiO ₄) ₃	Tetragonal	a=9.3, c=9.5
FeTiO ₃	Trigonal	a=5.0884, c=14.093
Fe ₂ TiO ₄	Cubic	a=8.5352
Fe ₃ Ti ₃ O ₁₀	Orthorhombic	a=7.789, b=10.008, c=3.74162
FeTiO ₃	Orthorhombic	a=5.026, b=5.174, c=7.245
Fe ₂ Ti ₃ O ₉	Hexagonal	a=2.8667, b=4.5985

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012 

Cartographie d'orientation

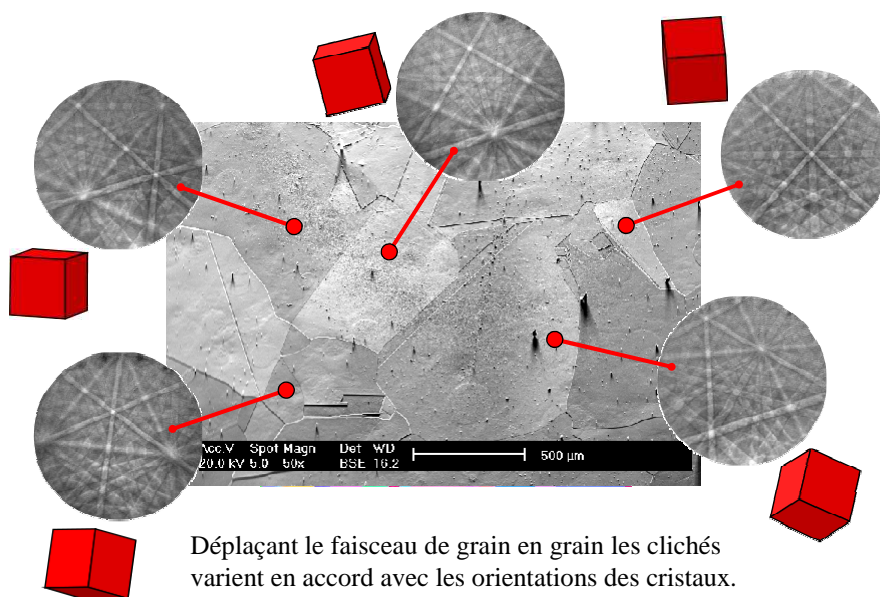


Lors d'une acquisition OIM, le faisceau est stoppé selon une grille (si possible hexagonale) sur la surface à analyser. En chaque point un cliché est acquis et indexé automatiquement. L'orientation est donc enregistrée avec d'autres informations (indice de qualité, de confiance, etc.)

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Différentiation des clichés EBSD : carte



Déplaçant le faisceau de grain en grain les clichés varient en accord avec les orientations des cristaux.

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Différentiation des clichés EBSD : phases

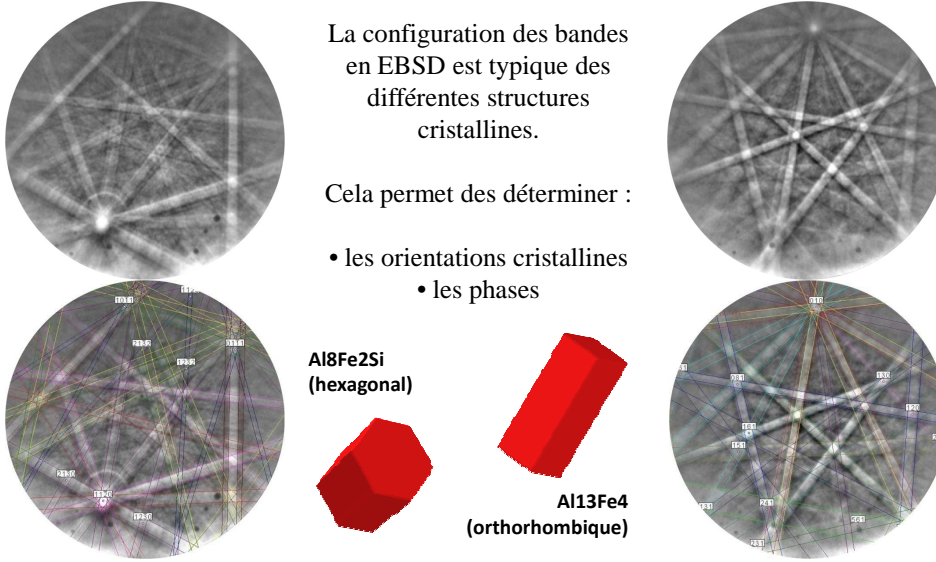
La configuration des bandes en EBSD est typique des différentes structures cristallines.

Cela permet de déterminer :

- les orientations cristallines
- les phases

Al₈Fe₂Si
(hexagonal)

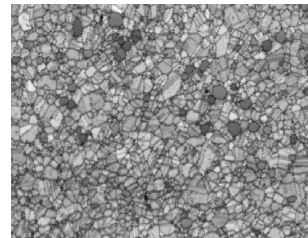
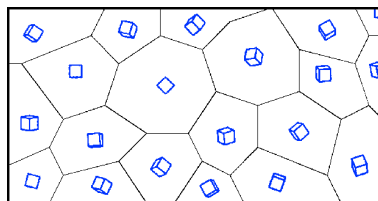
Al₁₃Fe₄
(orthorhombique)



Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012

Pourquoi l'EBSD ?

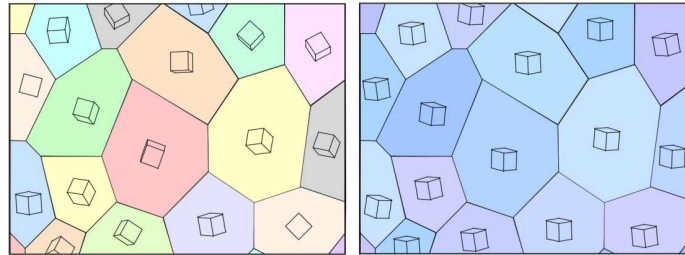
- Mesures conventionnelles de microstructure
 - *Taille de grains* M. Optique/Electronique
 - *Forme des grains* M. Optique/Electronique
 - *Chimie* EDS
 - *Phases* EDS & BSE
- Un manque ?
 - *Orientations des grains*
 - *Désorientations joints de grains*



Microstructure

- Un matériau sera isotrope si l'ensemble des grains représente une orientation aléatoire. Mais si un certain nombre sont d'orientations similaires le matériau sera anisotrope et la distribution des orientations pourra présenter une texture.
- La plupart des procédés de formage gèrent des matériaux texturés.

→ Différentes propriétés aux joints de grains



Orientation aléatoire des grains

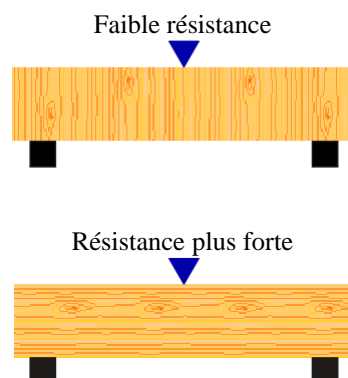
Orientation préférentielle des grains : texture

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012

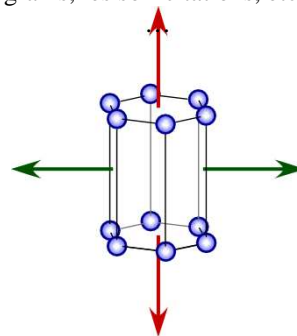


Pourquoi l'orientation cristallographique est-elle importante ?

- Propriétés matériaux sont "anisotropes", par exemple le bois.



Les propriétés d'une structure cristalline vont aussi varier avec les orientations des grains, des types de joints de grains, les sollicitations, etc.,

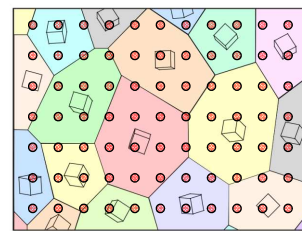
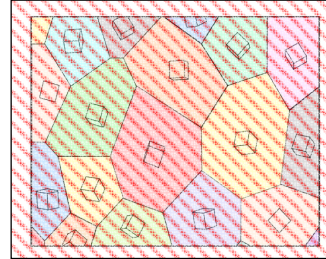


Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Comment mesurer les orientations ?

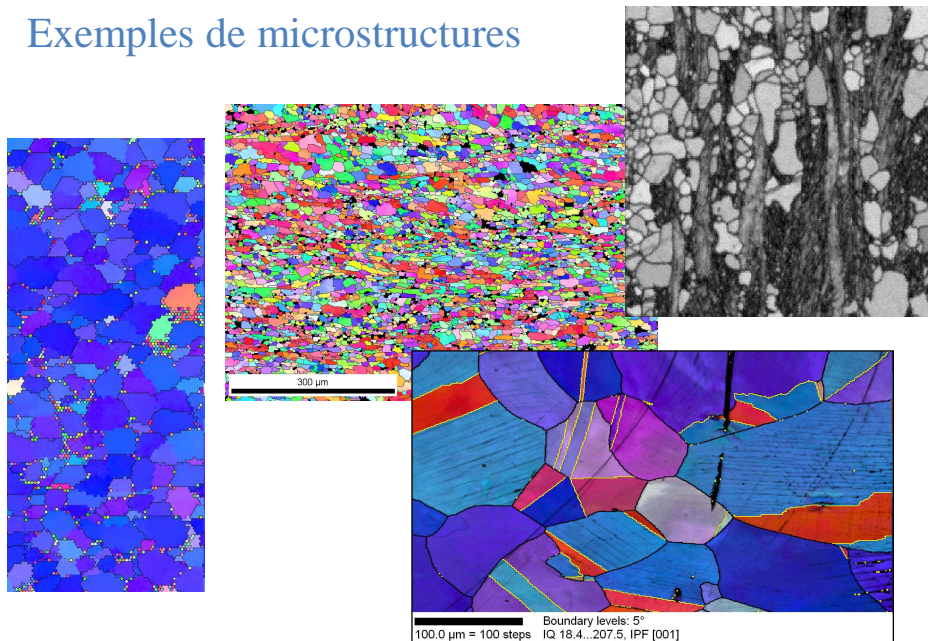
- Techniques d'ensemble
 - *RX*
 - *Diffraction neutronique*
- Texture globale mais pas l'orientation locale...
- Techniques locales (point-à-point)
 - *Synchrotron* (faible réso., peu accessible)
 - *MET* – clichés de *Kikuchi* – lignes (zone limitée)
 - *MET* – clichés de diffraction - spots
 - *Lumière polarisée* (non quantitative)
 - *Clichés de Kossel* (faible résolution)
 - *SACP* (faible résolution)
 - *Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)*



Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012

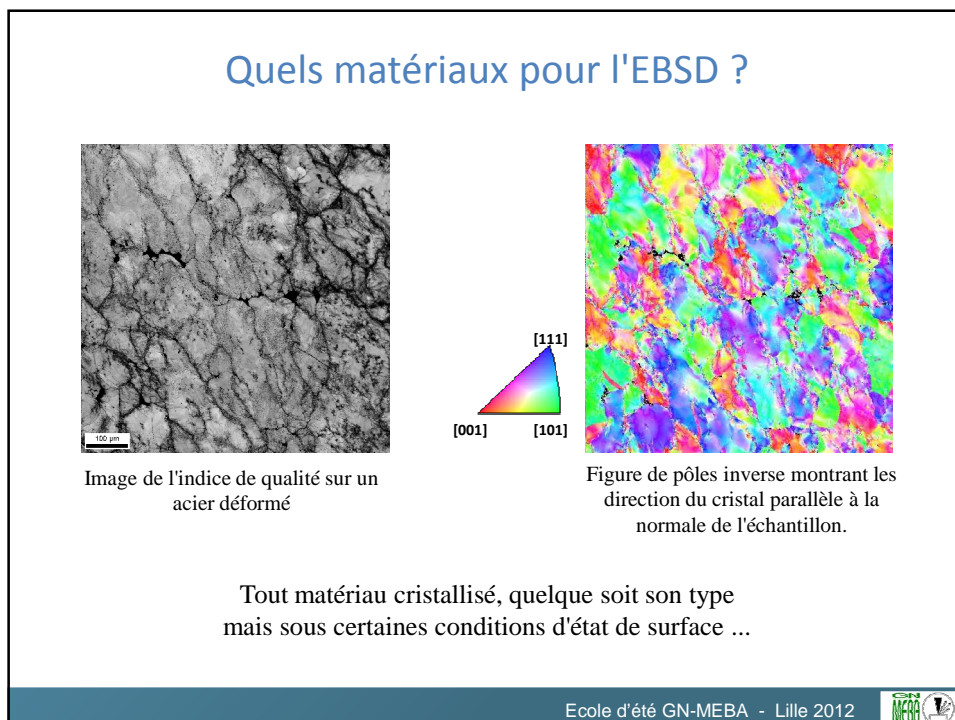
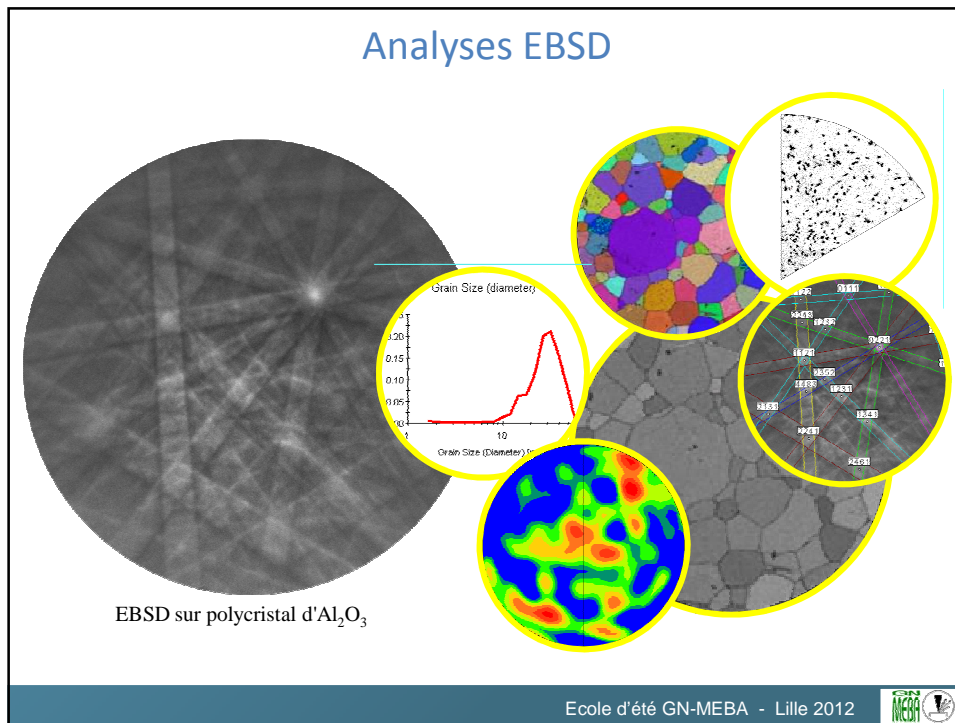


Exemples de microstructures



Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



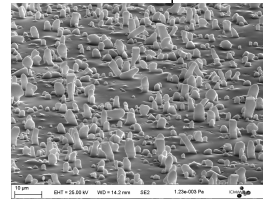
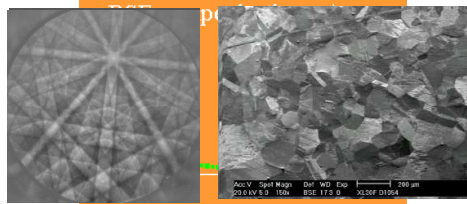


EBSD – préparation des échantillons

Prendre soin de la qualité de l'état de surface

- profondeur d'échappement des électrons

- de l'inclinaison



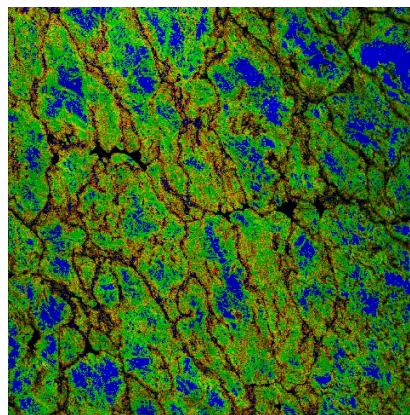
MC2 - JLPsoft

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Applications

- ➔ Texture et analyse des métaux laminés
- ➔ Etude des déformations des matériaux
- ➔ Orientation des cristaux/grains des métaux, céramiques, ...
- ➔ Etude de contraintes des fissures de corrosion
- ➔ Etudes sur les recuits et la recristallisation (in-situ ou pas)
- ➔ Analyses des textures dans les bandes d'interconnexion de semi-conducteurs
- ➔ Analyses de texture des films minces
- ➔ Verres cristallisés
- ➔ Etc., ...

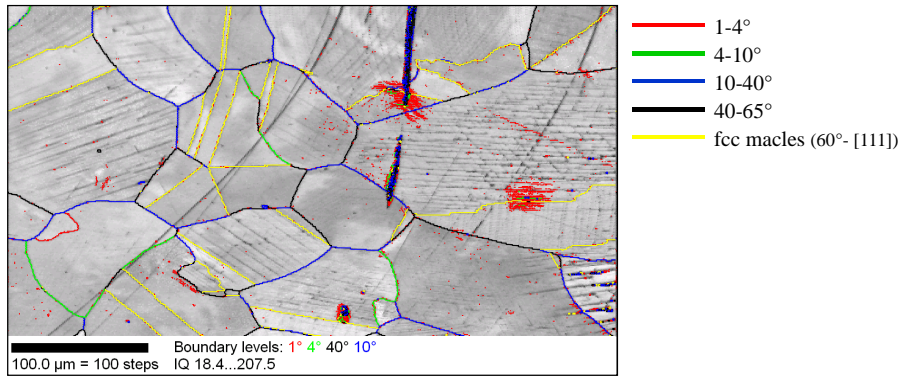


Cartographie montrant les déformations locales. En bleu les zones non-déformées.

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Jointes de grains



Une carte IQ, par exemple, peut être superposée avec celle montrant les désorientations aux jointes de grains.

Les jointes de grains en foncé... mais aussi les rayures et autres défauts aussi



Cartographie d'orientation

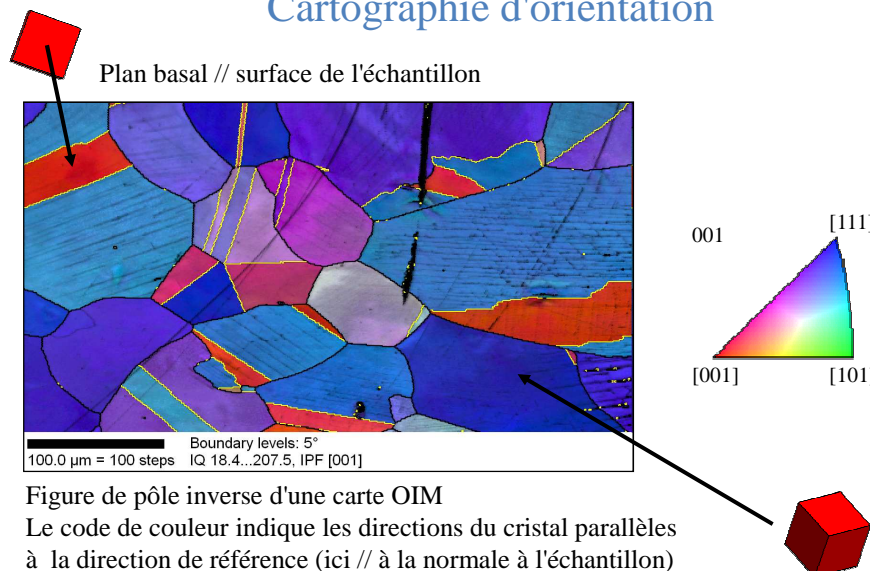


Figure de pôle inverse d'une carte OIM
Le code de couleur indique les directions du cristal parallèles à la direction de référence (ici // à la normale à l'échantillon)

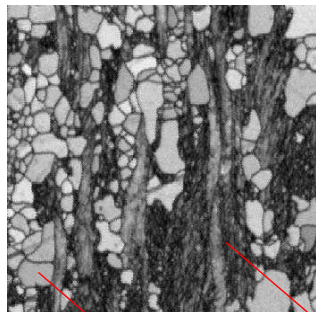
Ici IPF superposée à la précédente carte

Plan (111) // surface de l'échantillon

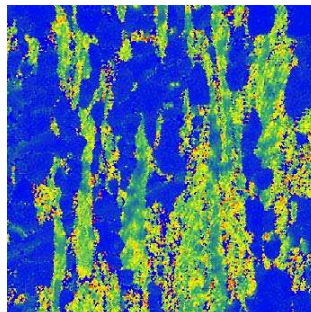


Application - désorientations locales

IQ

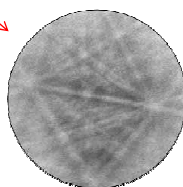
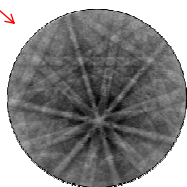


Carte des désorientations locales



Désorientation moyenne entre un pixel et ses 6 voisins. Colorisation du bleu au rouge (de 0 à 5°)

Cliché EBSD zone recristallisée → net



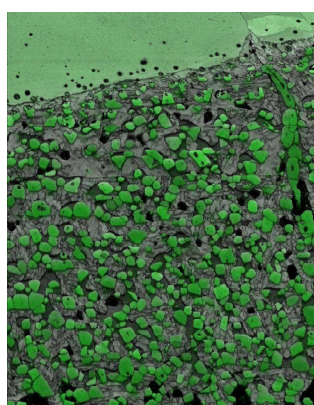
Cliché EBSD zone déformée → flou

(superposition de clichés avec légères variations d'orientation)

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Application - cartographie EDS et IQ



Gray Scale Map Type: Image Quality
25.271...174.075 (25.271...174.075)

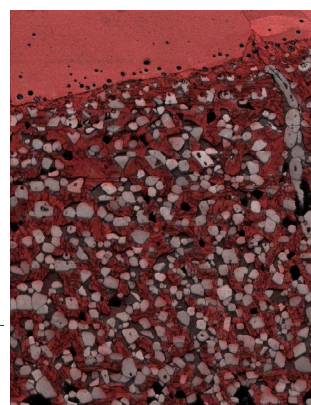
Color Coded Map Type: EDS (Chromium)

Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
3	257	1,000	1,000

Gray Scale Map Type: Image Quality
25.271...174.075 (25.271...174.075)

Color Coded Map Type: EDS (Iron)

Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
51	375	1,000	1,000

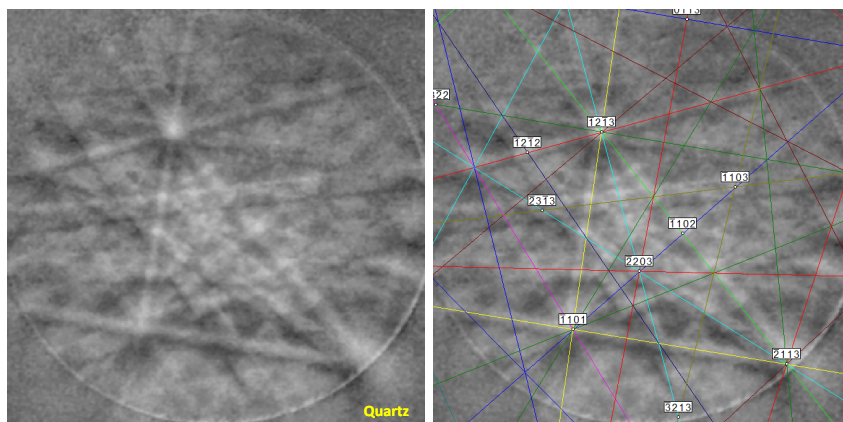


Combinaison des cartographie élémentaires et IQ montrant la distribution du Cr et du Fe dans un acier oxydé.

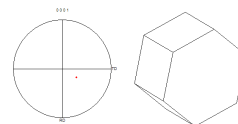
Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Application – quartz déformé



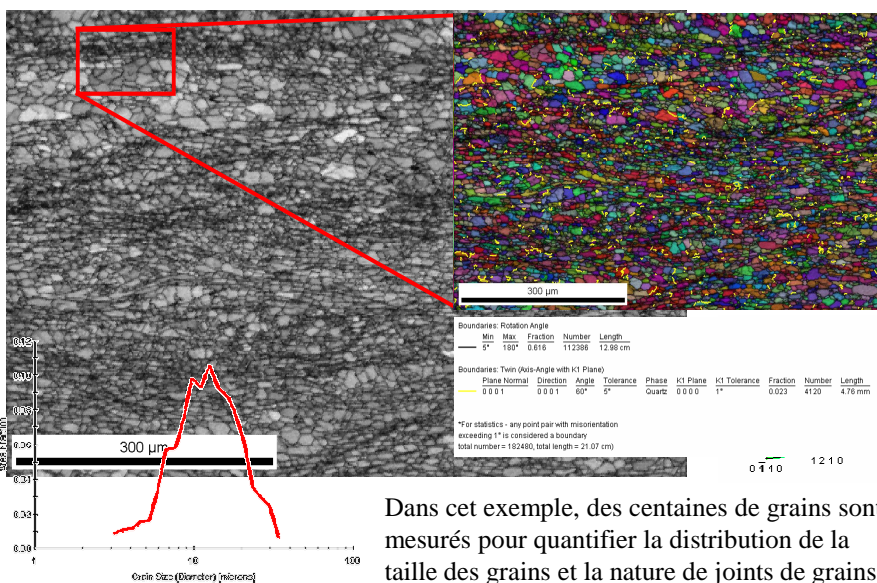
- Acquérir un cliché
- Déterminer son orientation



Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Application – quartz déformé

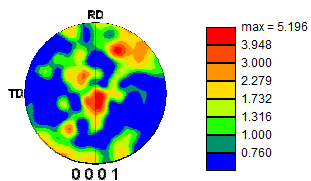
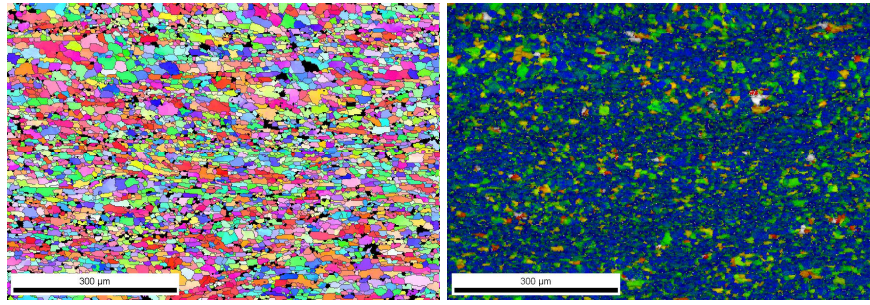


Dans cet exemple, des centaines de grains sont mesurés pour quantifier la distribution de la taille des grains et la nature de joints de grains.

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Single phase deformed quartz



Color Coded Map Type: Grain Reference Orientation Deviation

Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
0	10	0.986	0.986

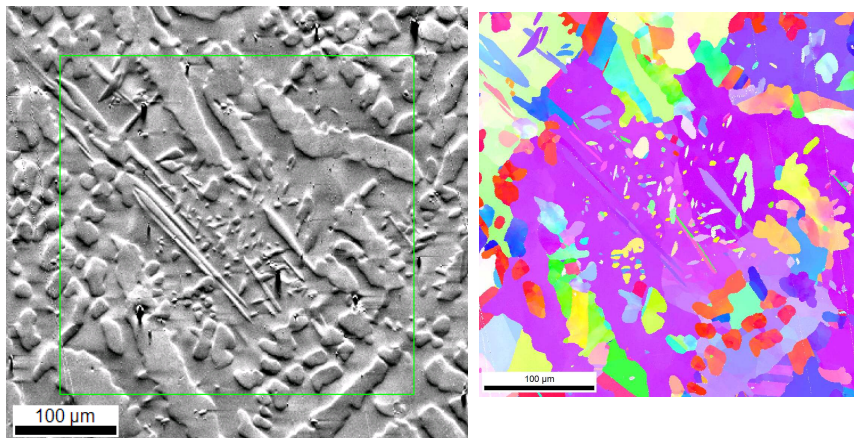
Mise en évidence ou non d'une orientation préférentielle ou une texture

Les relations de désorientation entre grains

Déformation plastique, forme des grains, etc.

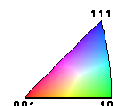


Application – matériau multiphasés acier duplex

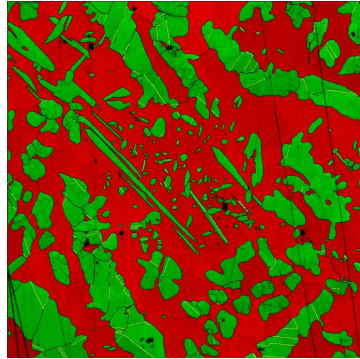


Acier inoxydable austéno-ferritique duplex

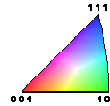
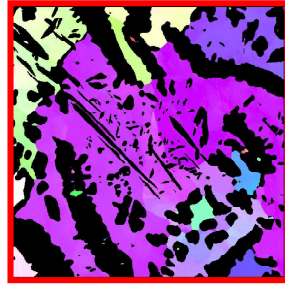
Différentiation des phases et relations aux joints de grains



Application – matériau multiphasés acier duplex



Acier duplex **austénite** (FCC) - **ferrite** (BCC)
différentiation des phases



Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012

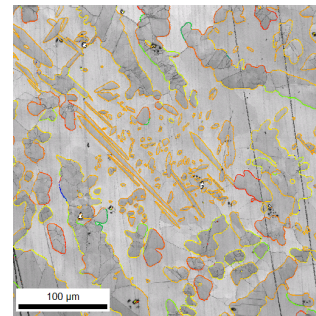


Application – matériau multiphasés, acier duplex

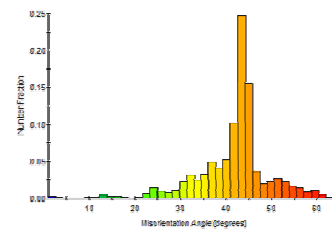


Acier duplex **austénite** (FCC) - **ferrite** (BCC)
différentiation des phases.

Étude des relations d'orientation entre les phases : compréhension concernant la sélection des différents variants possibles.



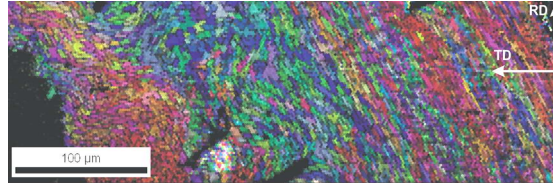
Misorientation Angle



Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Application – biomatériaux



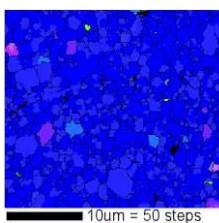
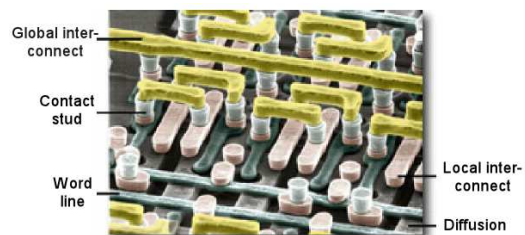
Cartographie de coquilles d'invertébrés marins.
Peuvent être utilisés pour donner des informations :
Composition et température des océans

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012

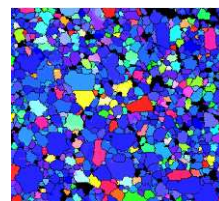
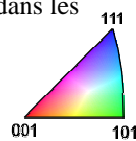


Application – microélectronique

Vue à plusieurs niveaux
structure des interconnexions
(IBM)

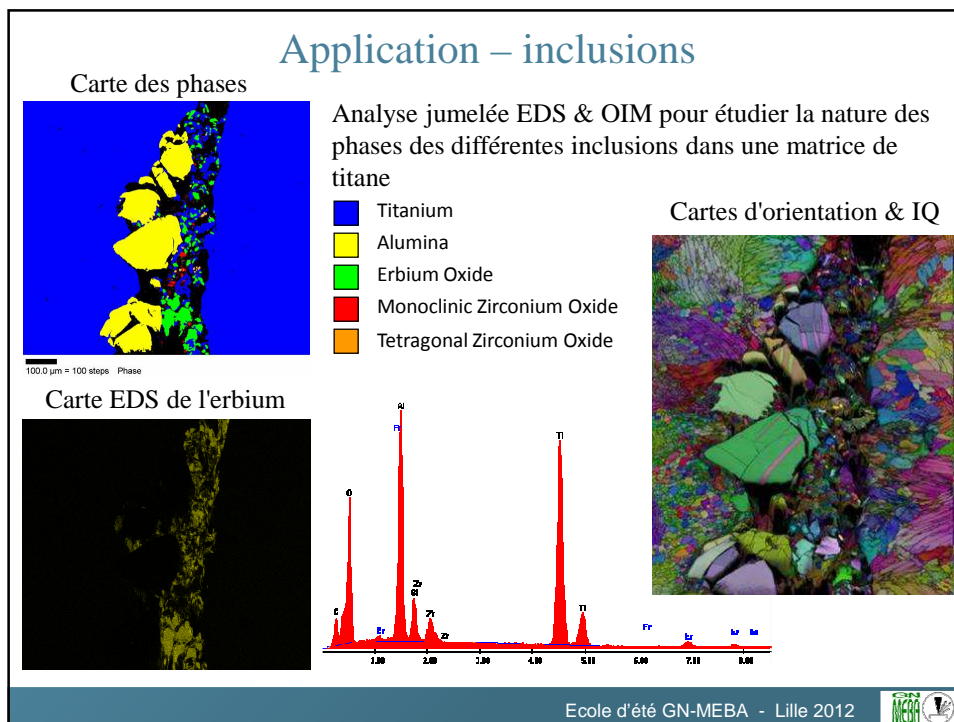


OIM a été utilisé pour étudier les effets de la microstructure du "temps moyen à la rupture" de lignes d'interconnexions mais aussi des films minces dans les semi-conducteurs.

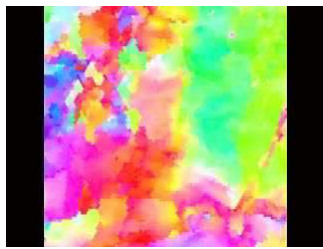
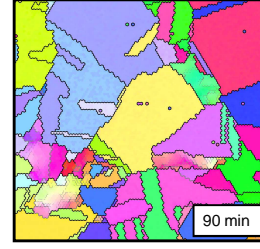
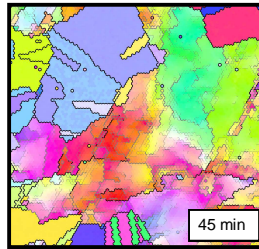
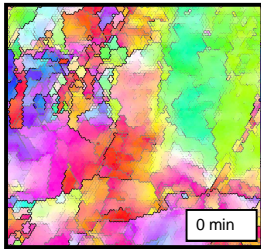


Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



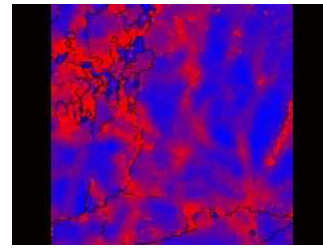


Recristallisation et croissance de grains



Cartes d'orientation

Cuivre déformé
 $18 \mu\text{m} \times 18 \mu\text{m}$
 pas $0.2 \mu\text{m}$
 $150 < \theta < 175 \text{ }^\circ\text{C}$

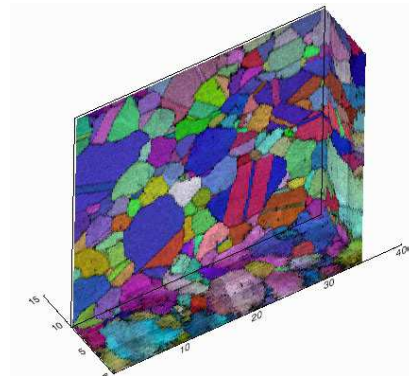
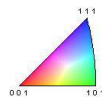
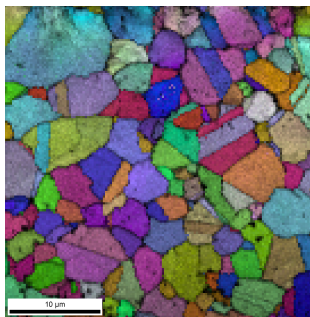


Carte de désorientation locale
 rouge : forte
 bleue : faible

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Combiner des cartes IQ et d'orientation



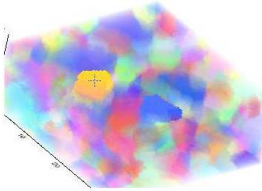
→ Le volume en 3D peut être coupé selon les axes, des grains isolés, etc.

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012

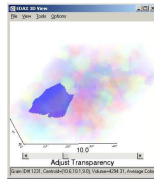


Représentations en 3D

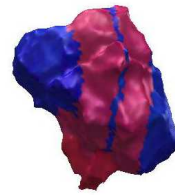
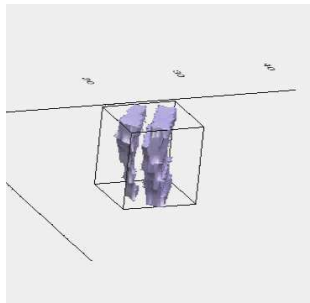
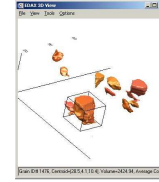
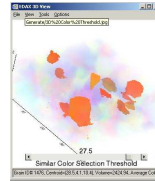
Transparence



Sélection des objets



Multi-sélection des objets



Merci

