



**Ecole d'été de microscopie électronique à balayage et de microanalyses  
Cité scientifique de Lille 1, du 2 au 6 juillet 2012**

**STAGE NIVEAU 2 Perfectionnement et TD au choix - TD EBSD  
(durée 1<sup>h</sup>30)**

**Coordinateurs : François Brisset, Rémi Chiron**  
CNRS - Université Paris-Sud - ICMO - Orsay (France)

**Résumé:** *L'objectif de ces travaux dirigés est de permettre au stagiaire de se rendre compte, en 1 heure 30, des bases de l'analyse EBSD sur un microscope électronique à balayage. La géométrie du système, les connaissances minimales à avoir pour le traitement d'un diagramme et la réalisation d'une image d'orientation seront abordées d'un point de vue pratique.*

## **1. Objectif**

### **1.1. Description**

Au cours de ce TD, après une description de l'ensemble des constituants du système, on abordera le choix des principaux paramètres d'acquisition liés au microscope, à la caméra, et aux détecteurs complémentaires. On décrira les contrôles indispensables à effectuer avant toute analyse. Après l'acquisition d'un diagramme, on détaillera les différentes opérations à effectuer pour en extraire l'information utile en vue d'une analyse quantitative.

### **1.2. Acquis**

A la fin du TD le stagiaire aura pris connaissance des points suivants :

- La chaîne d'acquisition : du détecteur à la cartographie acquise.
- Le mode opératoire à suivre pour acquérir dans de bonnes conditions un diagramme et posséder toutes les connaissances de base du processus d'acquisition. A savoir, les paramètres géométriques (microscope et échantillon) et l'optimisation des conditions d'acquisition classiques.
- Les bases de l'indexation d'un diagramme.
- Les bases de l'acquisition d'une cartographie d'orientation.
- La connaissance de certaines limites de la technique.

## **2. Présentation du système**

Au cours de cette partie nous décrirons tout le système depuis la chambre du microscope jusqu'à la caméra et les détecteurs complémentaires possibles.

### **2.1. Intérieur de la chambre - porte du microscope ouverte**

#### **2.1.1. Caméra rétractée**

- Rappeler les différents éléments présents dans la chambre (microscope), pièce polaire, détecteurs SE, BSE, etc.
- Caméra EBSD

- Autres détecteurs associés (BSE ou FSD - ForScattered Detector, AED – Absorbed Electron Detector, EDS - fig.2)

### **2.1.2. Caméra insérée**

- Notions d'encombrement (fig. 1)
- Décrire la géométrie spécifique
- Si possible insérer la caméra EBSD pour montrer l'encombrement.
- Positionnement de l'échantillon
- Platine inclinée (platine eucentrique, déplacement dans le plan X-Y ou pas, et notion de champs combinés)
- Porte-objet pré-incliné (70°)
- Distance de travail (notion de position par rapport à l'écran phosphorescent ou à l'échantillon)

## **3. Acquisition**

La partie acquisition mettra en valeur le réglage des différents paramètres systèmes, la présentation des interfaces et le réglage des paramètres liés à l'échantillon.

### **3.1. Présentation générale**

#### **3.1.1. Généralités sur les différents éléments**

- Interface d'acquisition
- Fenêtre de balayage

#### **3.1.2. Conditions de réglage du MEB (vide réalisé)**

- Distance de travail (détailler si besoin - fig. 6)
- HT (notions de profondeur d'interaction, résolution, qualité de cristallinité, mode PC...-fig. 3)
- Courant (notions de vitesse d'acquisition, qualité de cliché, ...)
- Focus (et mise au point dynamique en fonction de l'inclinaison), faire démo de l'effet
- Contrôle de la caméra (binning, gain, suppression du bruit de fond, intégration du signal,...), faire démo des effets.

#### **3.1.3. Etalonnage du système**

- Notion de centre du cliché (pattern center - fig. 5)
- Différentes méthodes
- Ajustement

#### **3.1.4. Description du matériau**

- Déclaration de l'échantillon
- Données cristallographiques nécessaires (notion de groupe de symétrie, paramètres, familles de plans, etc.)
- Multi-phases

#### **3.1.5. Indexation**

- Interactivité – contrôle de faisceau
- Indexation (éventuellement mettre une phase hexa pour un cubique, qqes bandes OK ?)
- Solution (éventuellement notion de CI)
- Eventuellement, paramètres de réglage de la transformée de Hough
- Acquisition manuelle (ponctuelle) ou automatique (surface)

### 3.1.6. Acquisition automatique

- Définition des paramètres (pas, champ, fps, notion de tps / canon, etc.)
- Types de grilles – modes de balayage
- Eventuellement, recherche des joints de grains – balayage rapide

## 4. Analyse

Durant cette partie, nous proposerons, en fonction du temps, quelques exemples de représentation.

### 4.1. Présentation générale

- Affichage d'une image (type IQ, IPF, grains : ce qu'elles représentent)
- Affichage d'un graphe (type taille de grains, ..., éventuellement multigraphes)
- Affichage d'une figure de pôle (voir figure)
- Calcul d'une texture
- Afficher une texture
- Joints de grains, de macles (les définir, les montrer)
- Exemple d'interactivité
- Analyse combinée avec EDS (intérêt ?) ou analyses multi-phases (CC-CFC, selon échantillon)

## 5. Figures

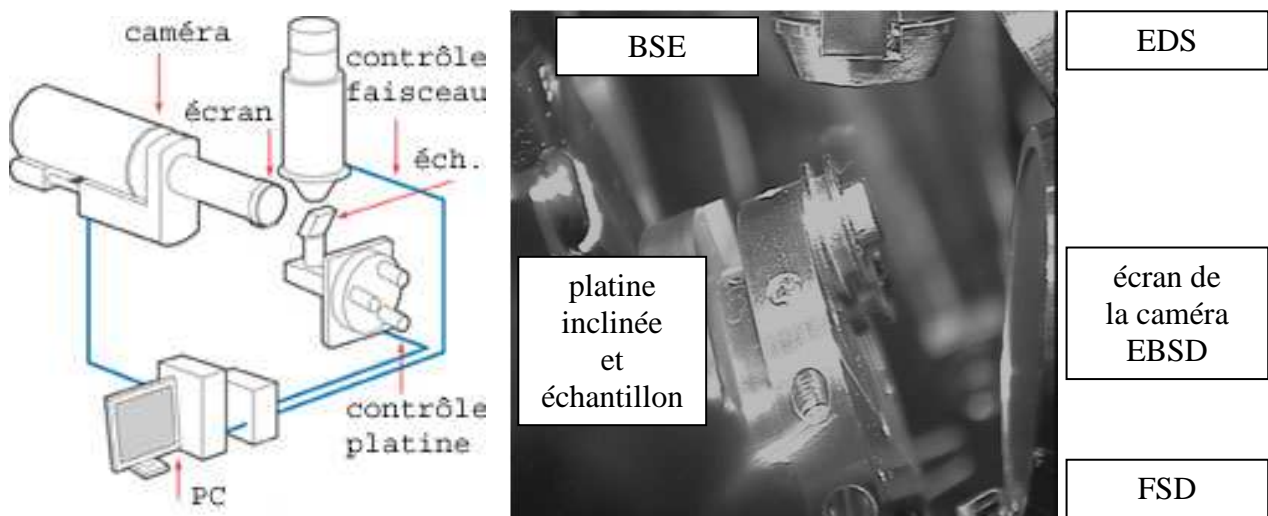


Fig. 1 – Système EBSD schématisé et chambre MEB avec son détecteur.

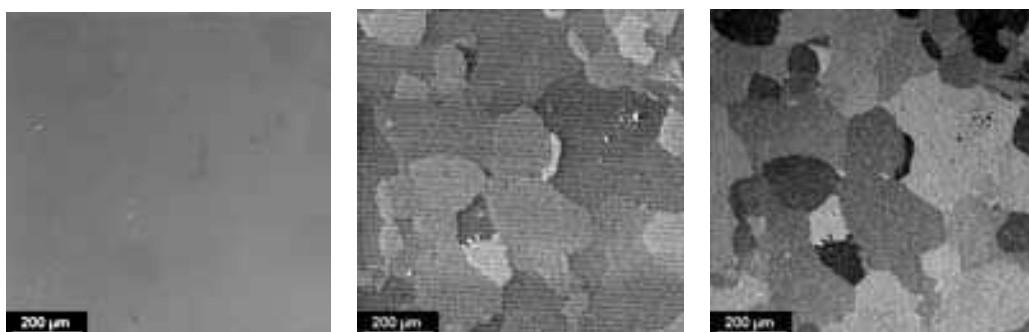


Fig. 2 – Echantillon de superalliage base Ni, images SE, AED et BSE, respectivement.

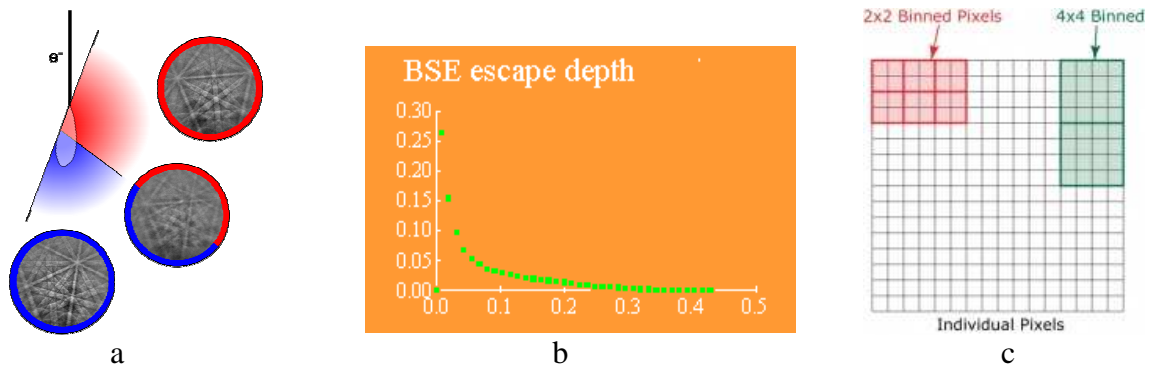


Fig. 3 – a: schéma montrant la forme "allongée" de l'interaction électrons/matière avec 70° d'inclinaison et b : profondeur d'échappement des électrons simulée pour du Fe à 20kV, c : binning.



Fig. 4 – Diagrammes de diffraction – brut, bruit de fond et bruit de fond soustrait, respectivement.

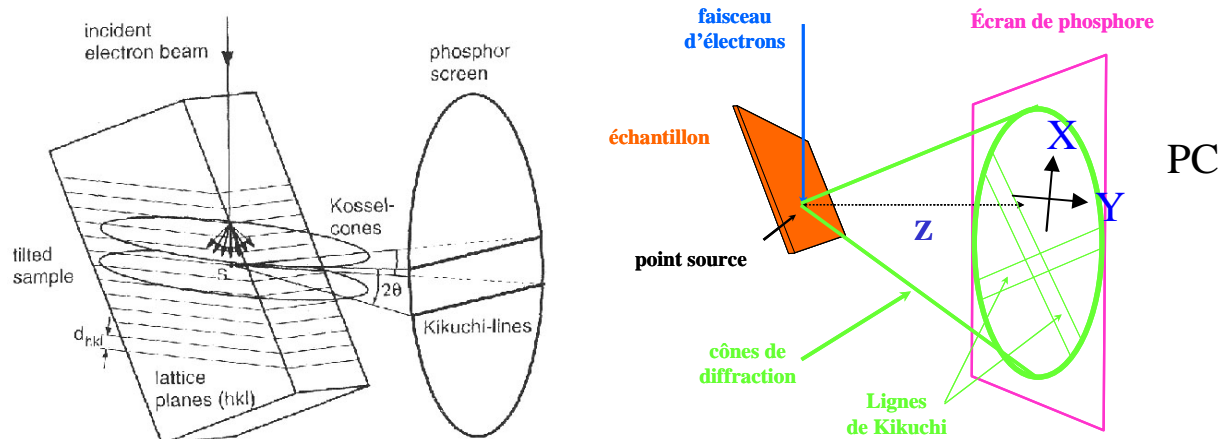


Fig. 5 – cône de diffraction et schéma référentiel échantillon/écran-caméra

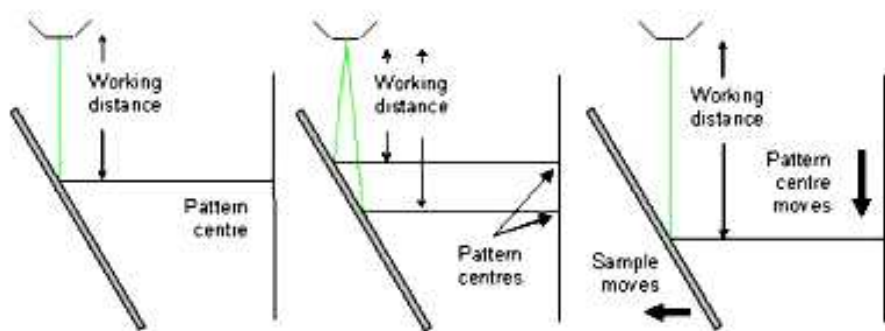


Fig. 6 – Modification de la distance de travail et de la position du 'pattern centre' en fonction de la position du faisceau par rapport à l'échantillon.

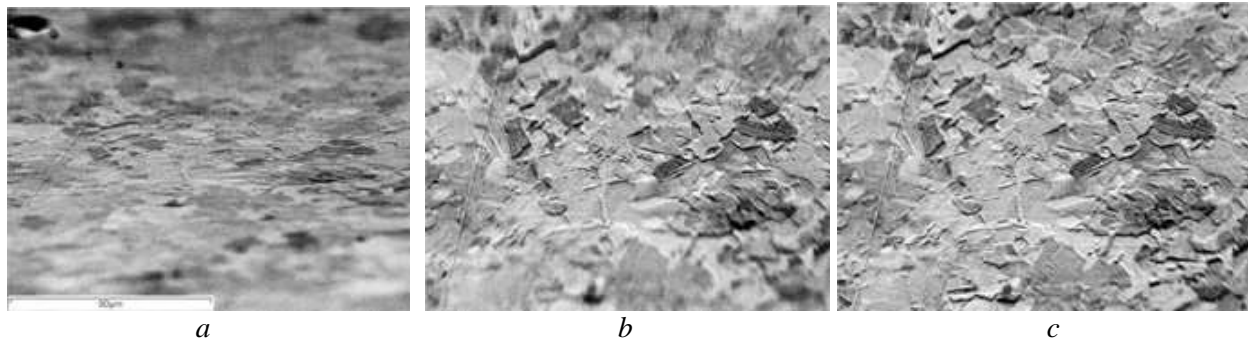


Fig. 7 – Image SE, repérage sur un échantillon en fonction des options du MEB, a : échantillon incliné à 70° avec focus au centre, b : échantillon incliné à 70° avec correction d'inclinaison et focus au centre, et c : échantillon incliné à 70° avec correction d'inclinaison et correction de focus.

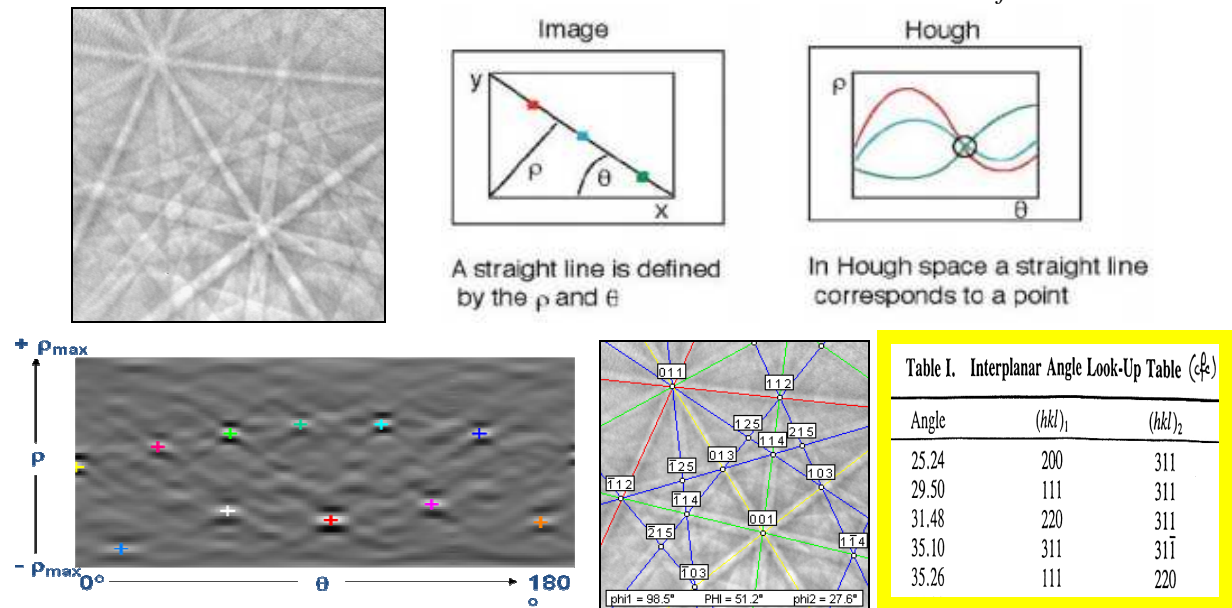


Fig. 7 – Indexation, étapes concernant la transformée de Hough :  $\rho = x \cos \theta + y \cos \theta$  et l'indexation.

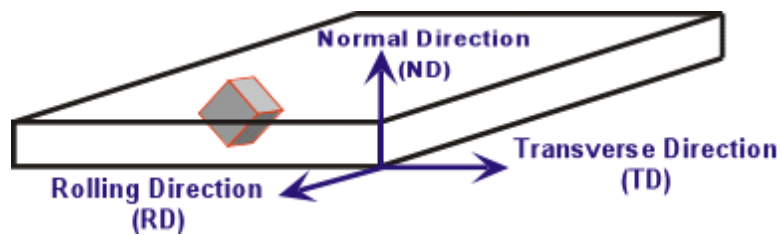


Fig. 8 – Schéma représentant un cristal et le repère échantillon.

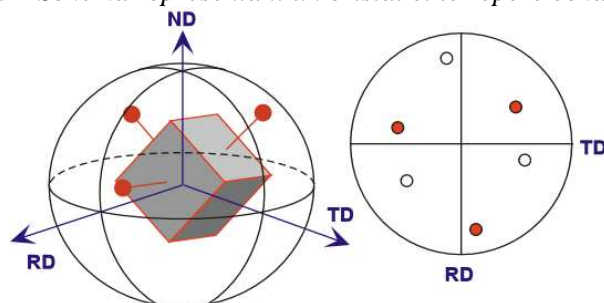


Fig. 9 – Schéma représentant le tracé d'une figure de pôle pour un cristal cubique.