



**Bordeaux 3-7 juillet 2017**

## ECOLE D'ÉTÉ GN-MEBA

Microscopie Electronique à  
Balayage et Microanalyses

**C15**

**EBSD**  
**Electron backscatter diffraction**  
**Diffraction des électrons rétrodiffusés**

**François Brisset**

**CNRS**  
**Université Paris-Sud / Université Paris-Saclay**  
**Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux**  
**d'Orsay (ICMMO)**



Organisation :         

Partenaires :            

L'EBSD (Electron BackScatter Diffraction) est une technique automatisée d'acquisition et d'analyse basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés et implantée dans un microscope électronique à balayage (MEB), mais parfois aussi sur des microsondes Auger (et historiquement de Castaing).

- historique rapide
- de l'électron à l'indexation
- quelles représentations et applications
- EBSD et EDS, multi-map, in-situ
- les échantillons isolants
- la préparation des échantillons
- EBSD en mode transmission



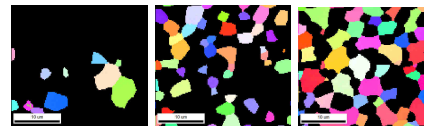
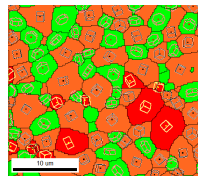
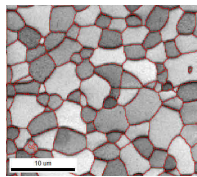
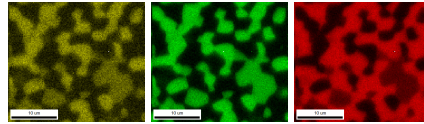
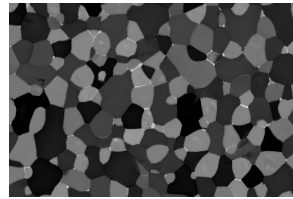
EDP sciences 2015



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Pourquoi l'EBSD

- Données sur la microstructure
  - *Taille des grains* MO/ME
  - *Forme des grains* MO/ME
  - *Phases* EDS & BSE
  - *Chimie* EDS
- Que manque-t-il ?
  - *Orientations des grains*
  - *Joints de grains*



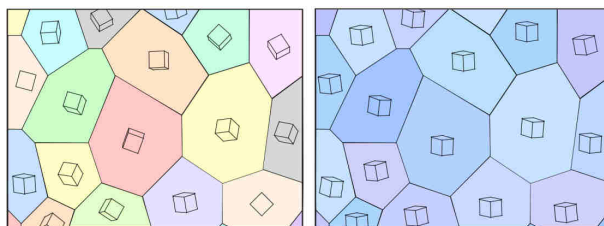
Orientations, joints de grains et chimie



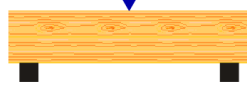
Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Pourquoi l'orientation cristallographique est-elle importante ?

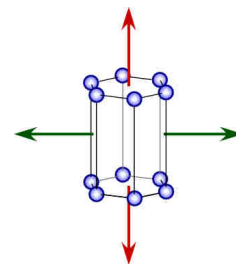
- Propriétés des matériaux  
"anisotropes" ou "anisotropes"  
Orientation aléatoire des grains    Orient. préférentielle des grains



Résistance plus forte



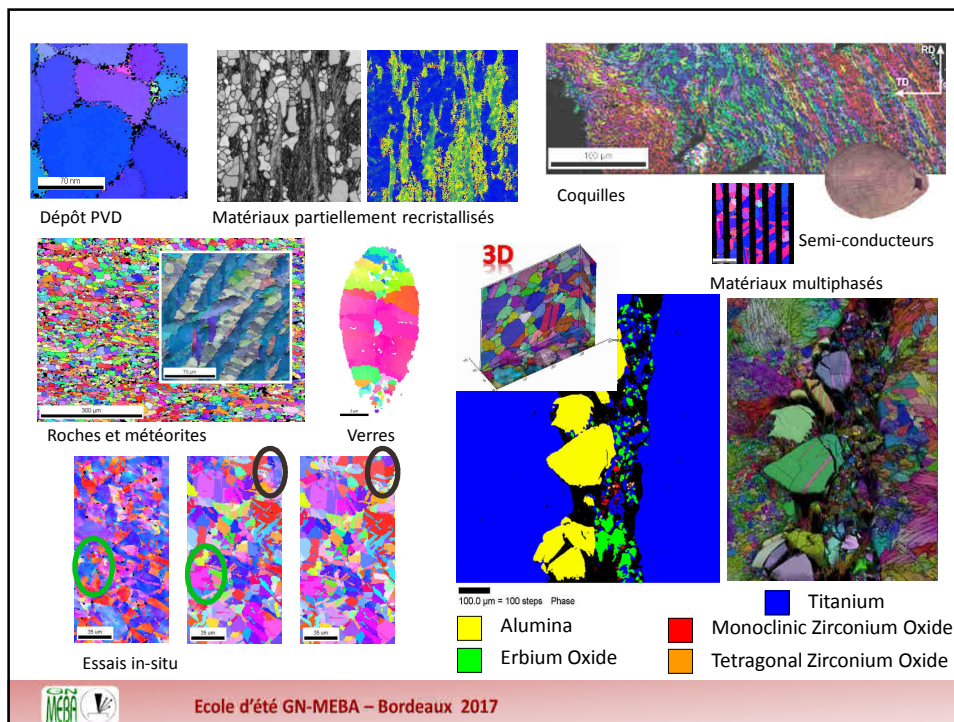
Faible résistance



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

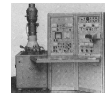


Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

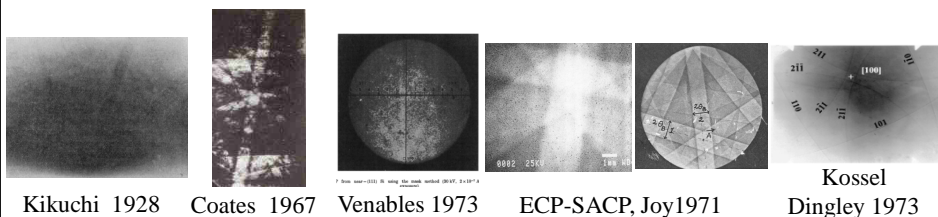


## Historique

1965



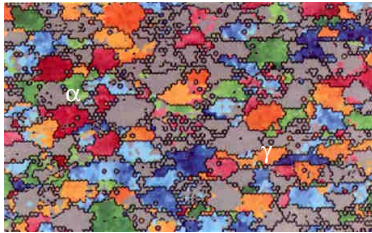
- **1928 Kikuchi**..., .....
- **1967-1973** Mise en évidence des lignes de pseudo Kikuchi (Coates) SACP (Joy) et diffraction de Kossel (Dingley) dans un MEB.
- **1973-1980** Diffraction des électrons dans MEB (Venables, Dingley, Krieger-Lassen...).
- **1981** **Papier comparant les 3 techniques sur un même échantillon polycristallin (Dingley)**. *A comparison of diffraction technique for SEM*, Scanning electron microscopy, IV, 273 (1981)
  - EBSD semblait alors plus prometteuse :
    - meilleure résolution spatiale (/SACP/Xray)
    - temps d'acquisition réduit (/SACP/Xray)
    - large angle de collection des clichés – permet étude de structures complexes (/SACP)



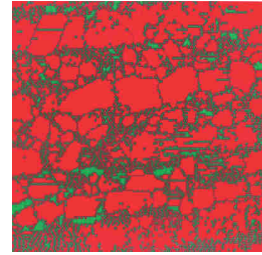
Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## 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<sup>er</sup> 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** Premières cartographies automatiques par Stuart Wright (gpe Brent Adams).
- **1992** Utilisation de la transformée de Hough (1962) par Krieger-Lassen.
- **1996** Premières cartographies automatiques indexant les échantillons multiphasés par David Field, Stuart Wright et David Dingley.
- **1997** Premières cartographies EBSD/EDS, par S. Wright.
- **2002** Première utilisation des caméras CCD numériques.



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



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



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Historique

### • Caméras

*CCD analogique, indexation in-line*

1990 :	10 sec/pattern	Semi automatic	
1995 :	3 sec/pattern	Fully automatic	
1999 :	3 patterns/sec	166 MHz	
2000 :	10 patterns/sec	300MHz	
2001 :	20 patterns/sec	1GHz	

*CCD numérique, indexation in-line*

2002 :	40 patterns/sec	Digital camera + 2GHz	7 heures
--------	-----------------	-----------------------	----------

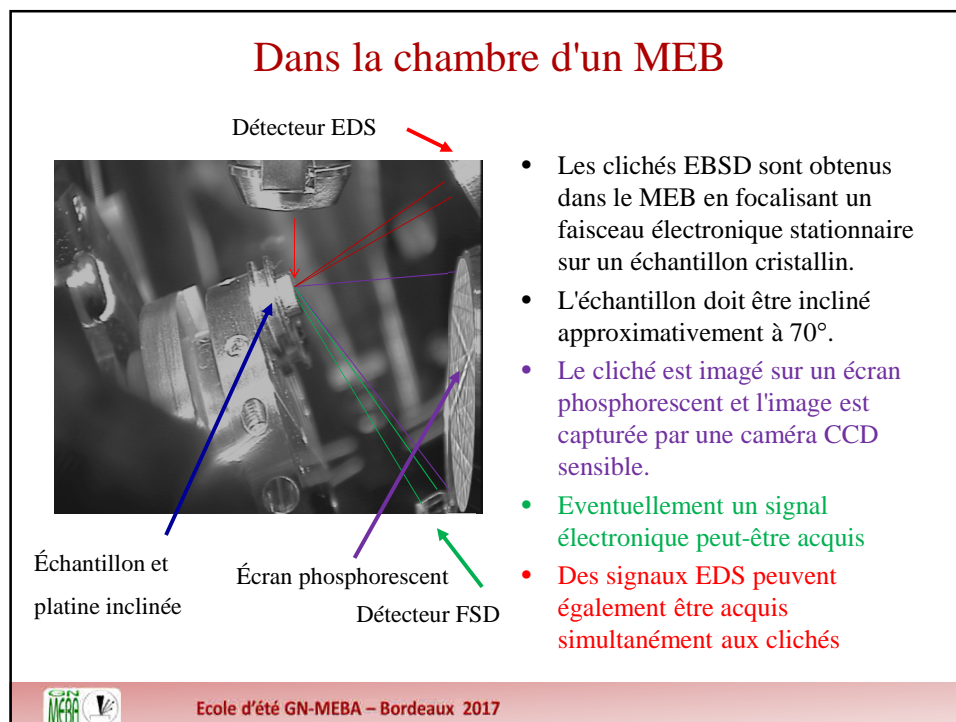
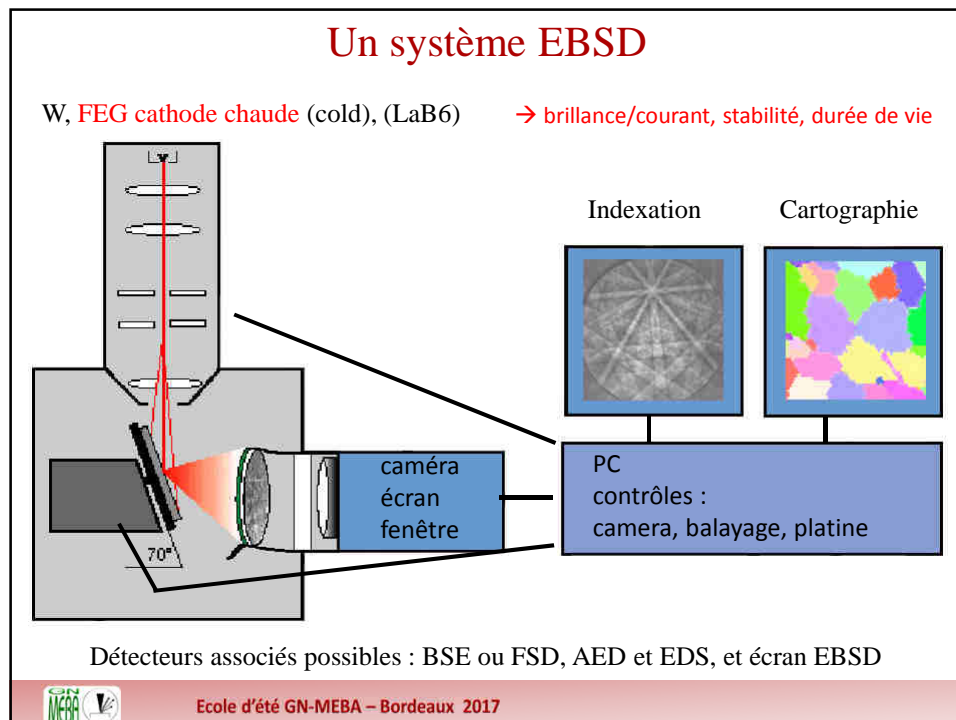
*CCD numérique, indexation off-line*

2007 :	750 patterns/sec	Dig.cameraGigE	22 min.
2009 :	1000 patterns/sec	Dig.cameraGigE	
2012 :	1200 patterns/sec	Dig .cameraGigE	14 min.

• 10<sup>6</sup> clichés

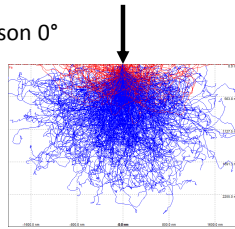


Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

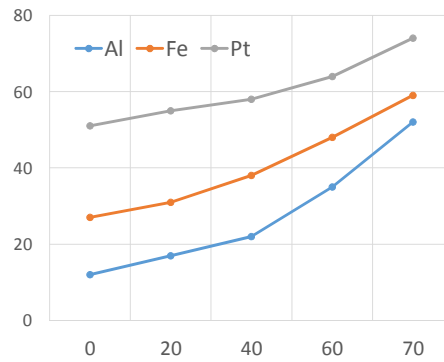
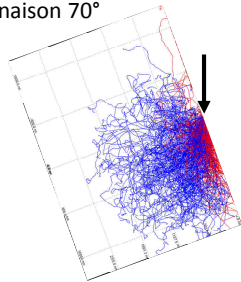


## Rétrodiffusion et inclinaison

Inclinaison 0°

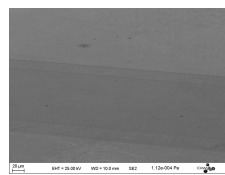
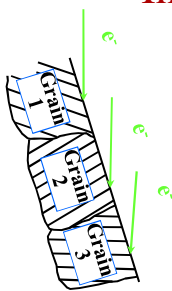


Inclinaison 70°

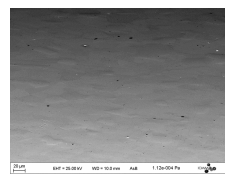


Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Imagerie des électrons rétrodiffusés

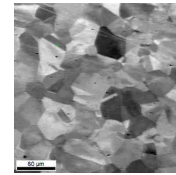


SE

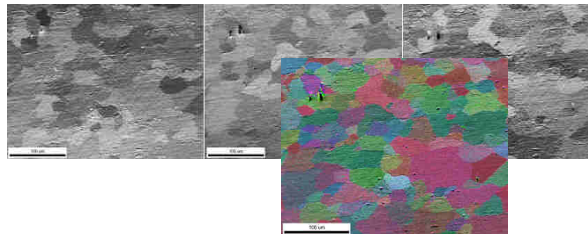
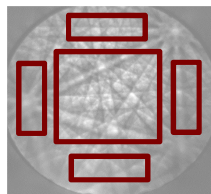


BSE

Ni Alloy (70° tilt)

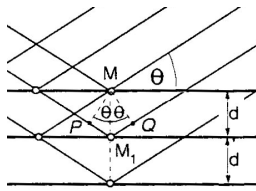


FSD



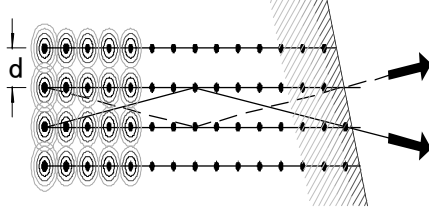
Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Loi de Bragg et diffraction électronique

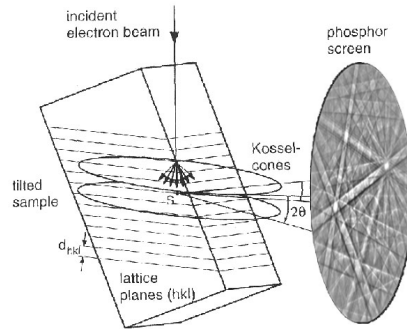


$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$$

$\lambda$  longueur d'onde,  
 $d$  distance inter-réticulaire  
 $\theta$  angle de diffraction

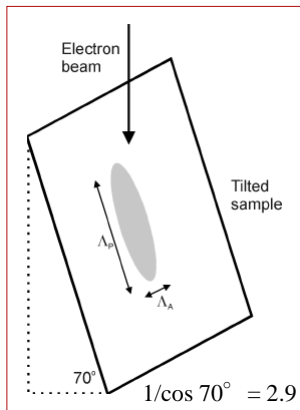


Diffraction des électrons des 2 côtés des plans cristallins



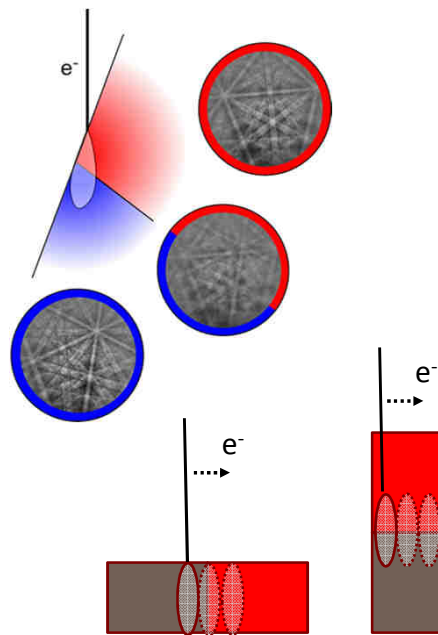
Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Résolution spatiale



Profondeur d'émergence des électrons diffractés  
 - 10<sup>mes</sup> nm  
 - Dépend principalement de  $Z$  et  $E_e$ .

S. Zaefferer, Ultramicroscopy 107 (2007) 254

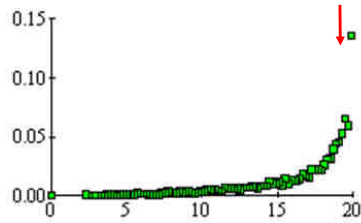


Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

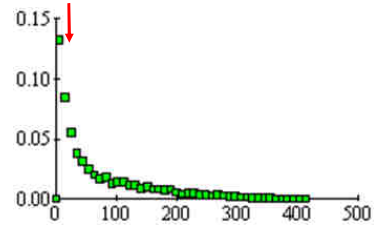
## Résolution spatiale

Fe, sample tilt 70°, E<sub>0</sub> = 20 keV

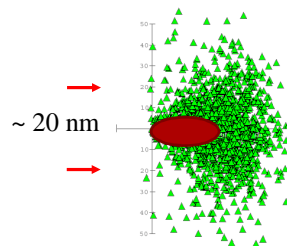
Distribution énergétique



Profondeur d'échappement



Émergence des électrons

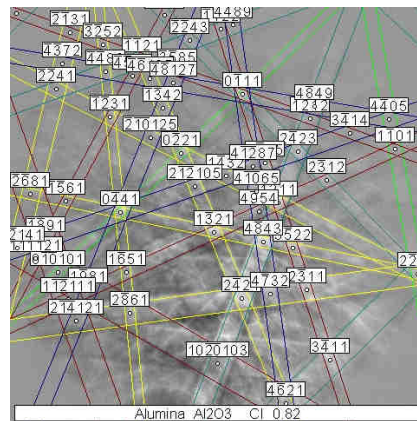
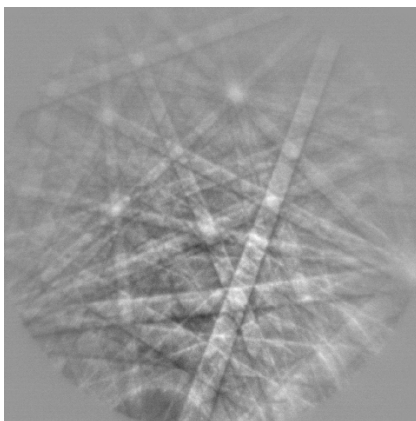


MC2 - JLPsoft



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Indexation d'un cliché EBSD – comment ?

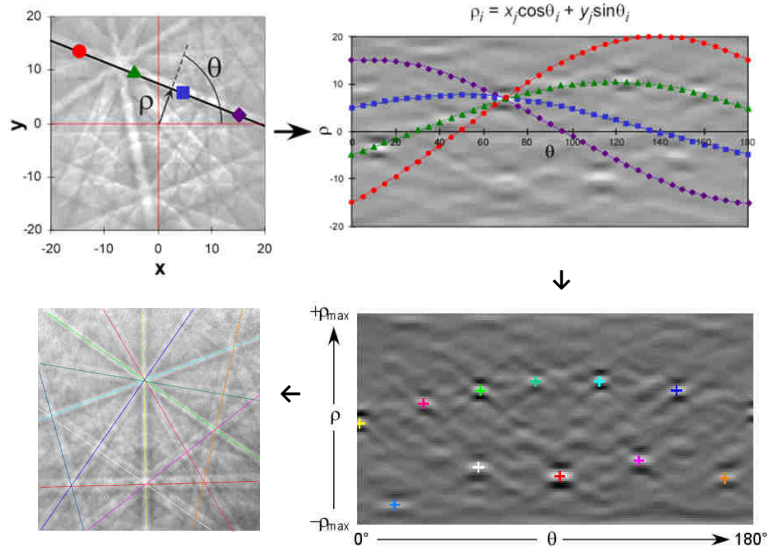


➔ Comment aller d'ici ..... à ..... ici.



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Détection des familles de plan- transformée de Hough



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Indexation d'un cliché - orientation d'un point

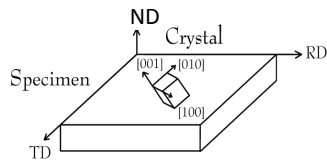
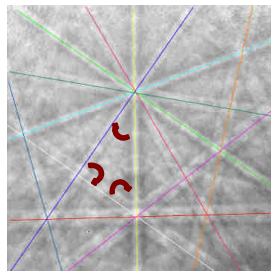


Table I. Interplanar Angle Look-Up Table ( $\phi_e$ )

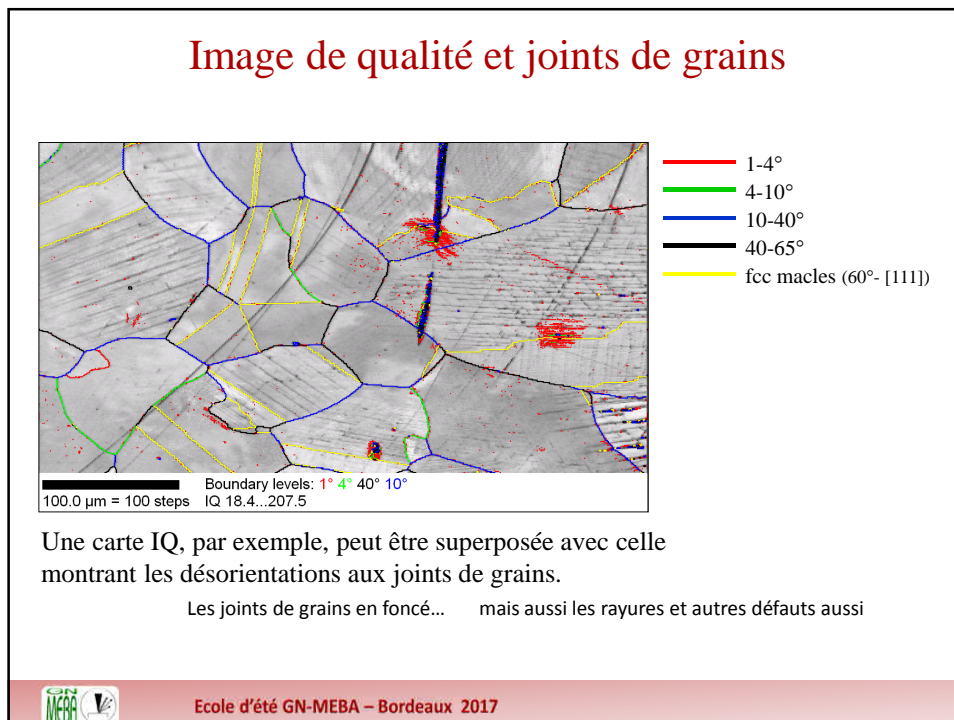
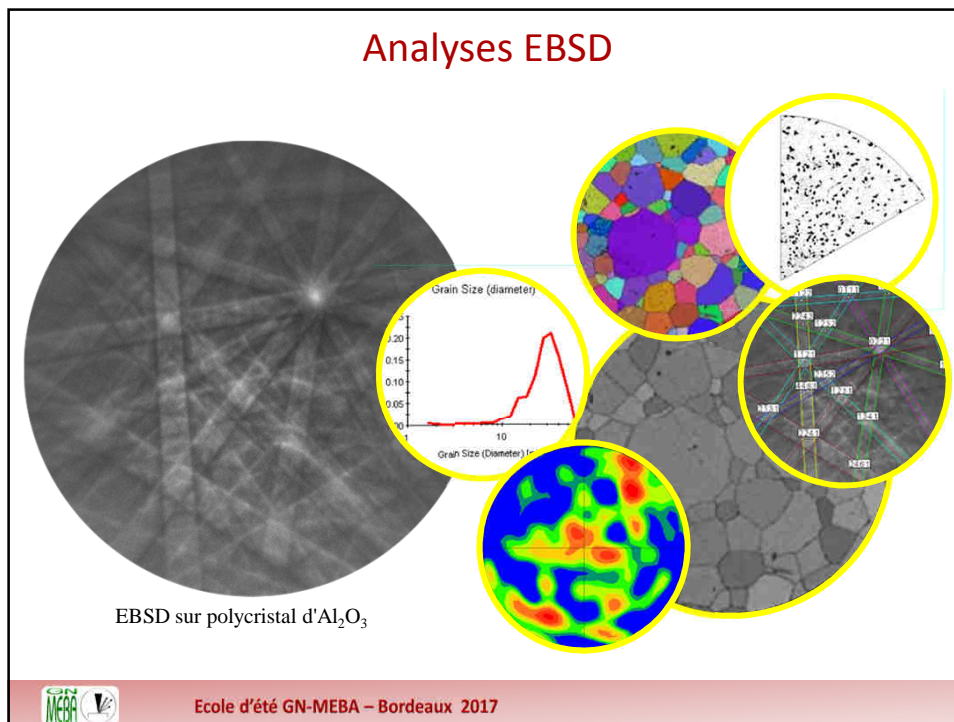
Angle	$(hkl)_1$	$(hkl)_2$
25.24	200	311
29.50	111	311
31.48	220	311
35.10	311	31 $\bar{1}$
35.26	111	220
45.00	200	220
50.48	311	311
54.74	111	200
58.52	111	31 $\bar{1}$
60.00	220	202
62.96	311	13 $\bar{1}$
64.76	220	311
70.53	111	11 $\bar{1}$
72.45	200	131
79.98	111	311
84.78	311	131
90.00	111	220
90.00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

Rotation du cristal  $\phi_1$  autour de l'axe [001] ou axe z du cristal  
 \_\_\_\_\_  $\Phi$  \_\_\_\_\_ [100] ou axe x \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  $\phi_2$  \_\_\_\_\_ [001] ou axe z \_\_\_\_\_

3 angles d'Euler  
 $\phi_1, \Phi, \phi_2$



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017



## Cartographie d'orientation

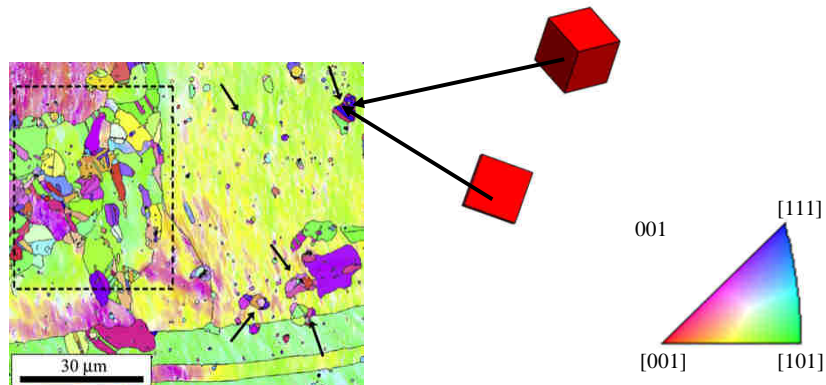


Figure de pôle inverse d'une carte OIM  
 Recristallisation aux précipités  
 → Détermination des mécanismes  
 Ici PSN (particle stimulated nucleation)

Le code de couleur indique les directions du cristal parallèles à la direction de référence (ici // à la normale à l'échantillon)

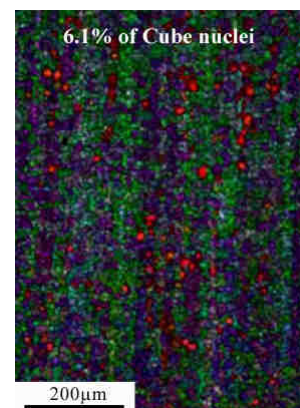
Abib, et al., Mat. Charact., 118 (2016)



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Quelques 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 (propriétés optiques)
- ➔ Etc., ...



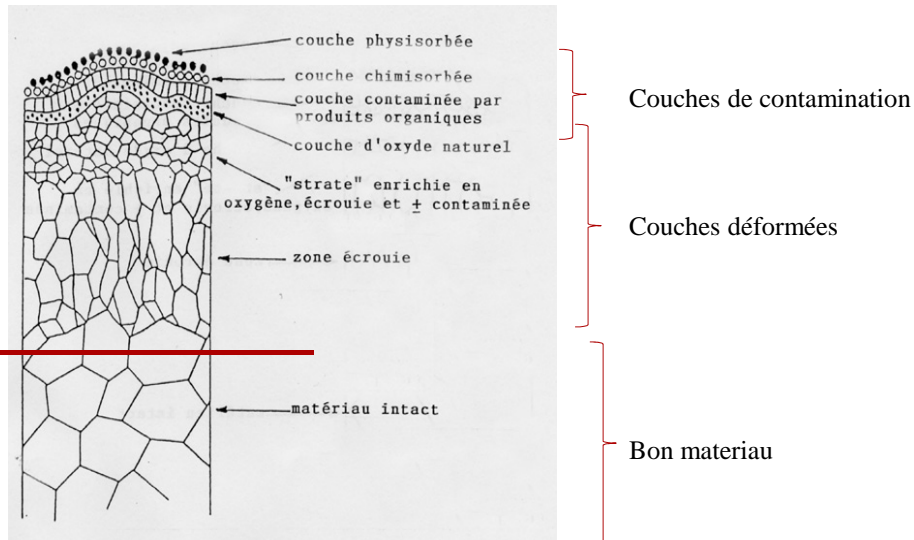
Cartographie montrant les déformations locales et grains recristallisés, orientation cube

Ateba & al., Adv. Eng. Mat. (2014)



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Préparation des échantillons



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Techniques de polissage

- Découpe
- Enrobage ou mise en pinces
- Polissage grossier (SiC)
- Polissage fin (diamant)
- Polissage final (variable)
- Parfois juste un clivage !

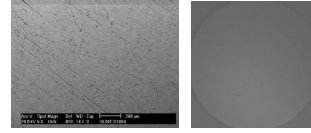
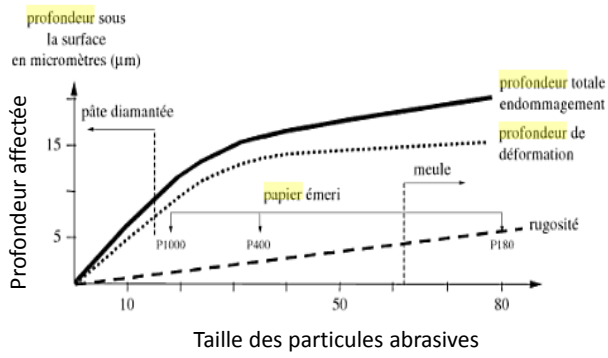


La préparation peut être un véritable problème

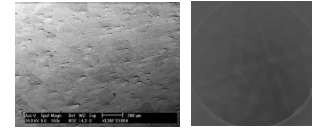


Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

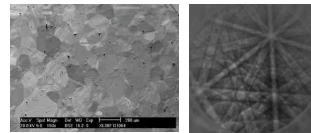
## Techniques de polissage



Polissage grossier



Polissage fin



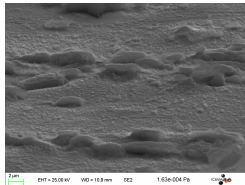
Polissage final



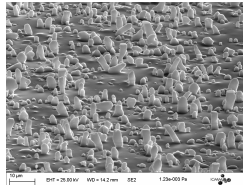
Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Polissage final

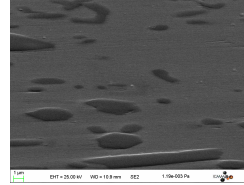
Éviter



Éviter



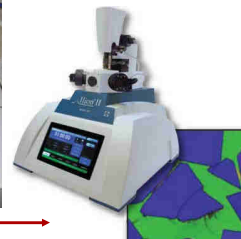
Mieux !



- Polisseuses
    - Classique
    - Vibrante
- avec alumine  
gel de silice, ...



- Polissage électrolytique
- Polissage chimique
- Polissage ionique

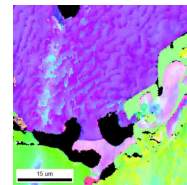
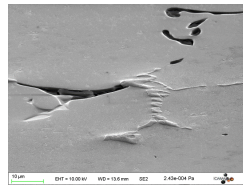


Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

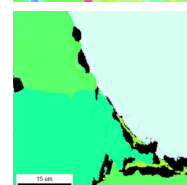
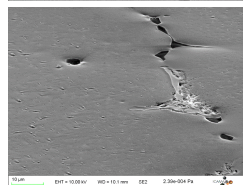
## Polissage ionique vs. électrolytique et silice colloïdale

Alliage à base d'aluminium

OPS

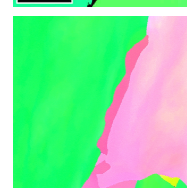
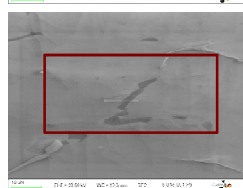


Electro-polissage



Ionique – mode plan

5 kV - 5° - 1h



Images SE - inclinées

IPF corrigées de l'inclinaison

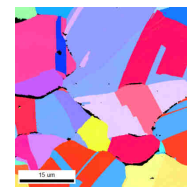
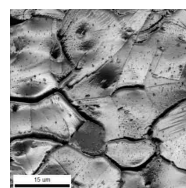
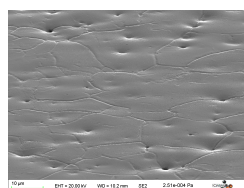


Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Polissage ionique – échantillon très tendre

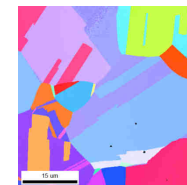
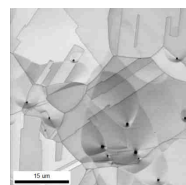
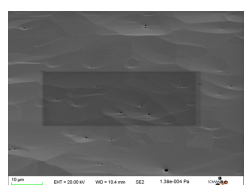
Cuivre pur

Electro-polissage



Ionique  
mode plan

8 kV - 3° - 2h



Images SE inclinées

IQ  
corrigées de l'inclinaison

IPF



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

### Polissage ionique – mode coupe transverse

Acier  
Ionique  
mode transverse  
8 kV - 0° - 7h

Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

### Topographie

← pas d'effet de topographie      effet topographique →

ombrage

Poussière, précipité,  
joints de grains, ...

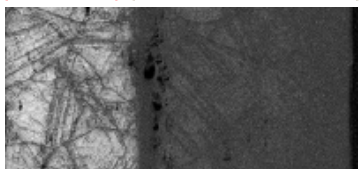
800 nm

Zone noire → pas d'indexation

Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017


## Contamination et oxydation

sans contamination

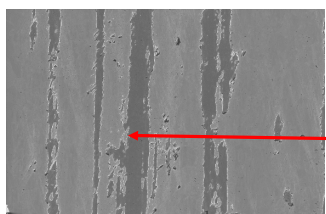


facteur de qualité (IQ)

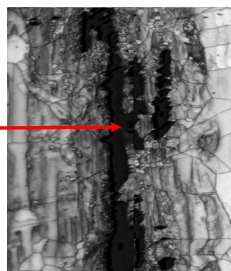
avec contamination



carte d'orientation



Zones oxydées – image SE



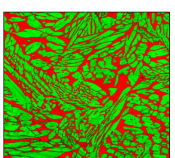
Zone oxydées (carte IQ)

Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

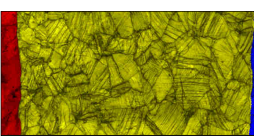
## EBSD et EDS

### Acquisitions simultanées

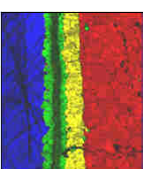
Volumes d'interaction différents



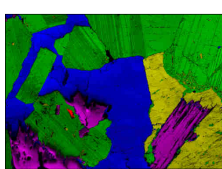
2 Phases



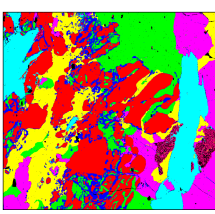
3 Phases



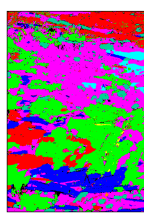
4 Phases



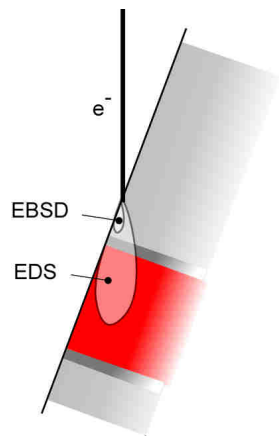
5 Phases



7 Phases



9 Phases

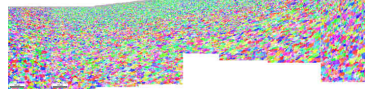
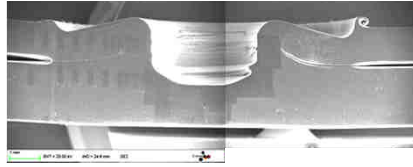
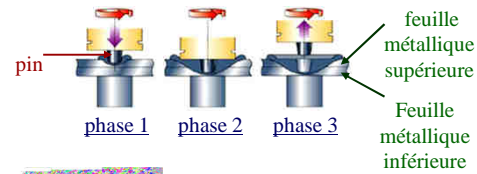


Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

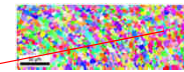
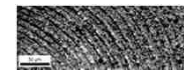
## Multimap – Soudage par friction malaxage

Grand ensemble de cartes :

- déplacements faisceau et platine
- code combiné
- différents tailles de pas



9 jours en continu



→ joints de grains plats



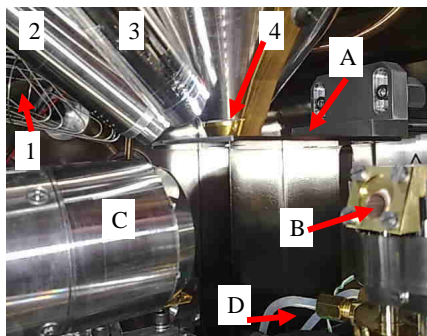
Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## In-situ



← Platine chauffante et échantillon

Montage extérieur →



A – Plaque de protection de la pièce polaire.  
B – Echantillon de cuivre fixé sur la platine chauffante (partiellement insérée).

C – Caméra EBSD (totalement insérée) et détecteur d'électrons rétrodiffusés en avant de la caméra.  
D – Système de refroidissement à la base de la platine chauffante.

1 – Détecteur SE  
2 – Détecteur EDS

3 – Détecteur mode Pression Contrôlée

4 – Détecteur BSE



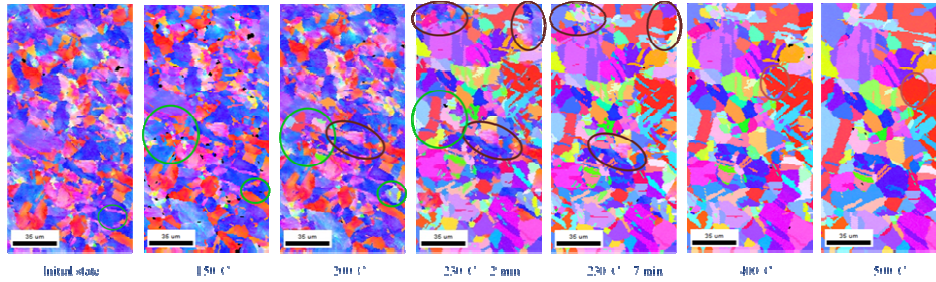
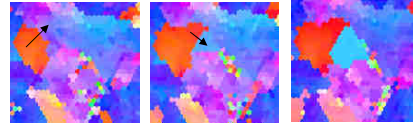
Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Evolution de la microstructure d'un fil de cuivre

- rampe T : 16°C/min.

Observations :

- premier germes de recristallisation vers 150°C
- croissance des grains par maillage, recristallisation
- puis entre 400 et 500°C disparition des macles incohérentes



Barre d'échelle 35 µm

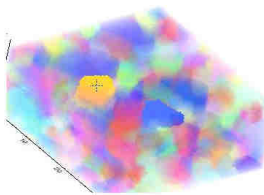
F. Brisset, et al., Microsc. & Microanal. 1-9 (2013)



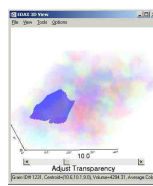
Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Représentations en 3D

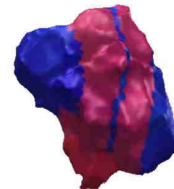
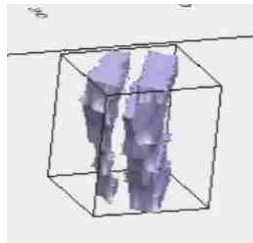
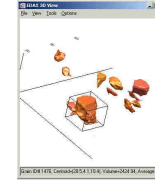
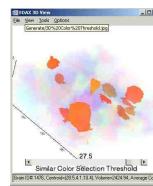
Transparence



Sélection des objets



Multi-sélection des objets



Variations sur macles !



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Echantillons isolants

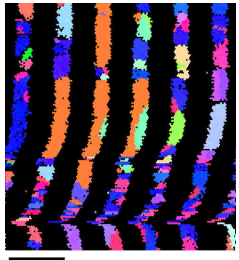
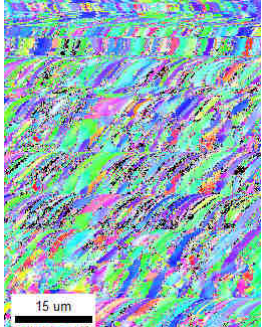
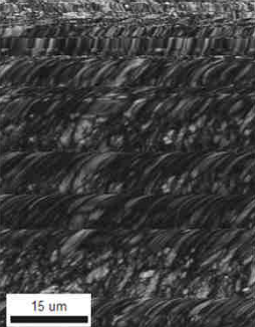
**FEG SEM**


- faible HV : typiquement 1 kV
- faible courant : typiquement quelques pA

**EBSD**

- 15 à 30 kV
- 1 à 20 nA

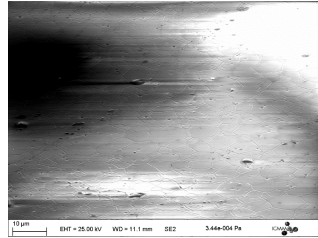
→ Effets de charge



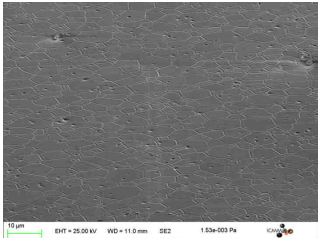
Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

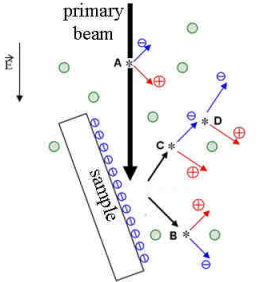
## Echantillons isolants



→

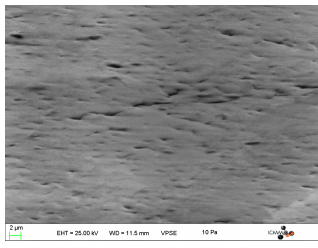
Métallisation carbone






→

Utiliser un gaz  
Mode pression contrôlée



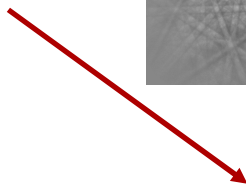
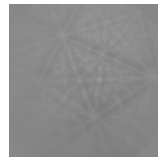
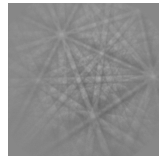
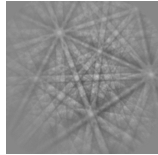


Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Echantillons isolants

Métallisation carbone  
Utiliser un gaz

→ Dégradation de la qualité des clichés



- Interactions des électrons
  - absorption/déviation dans la couche
  - déviation par les atomes de gaz

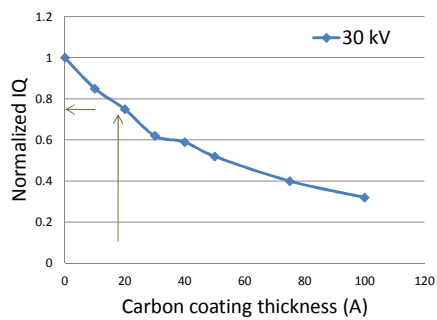
→ Évaluation en fonction de la couche ou de la pression ou de la tension



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

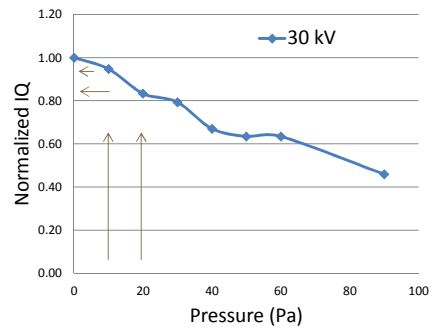
## Echantillons isolants

IQ vs. épaisseur du dépôt



$IQ_{(10-20 \text{ A})} = 75\%$

IQ vs. De la pression




$IQ_{(10-20 \text{ Pa})} = 85 - 95\%$

F. Brisset, IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng., 32, (2012)



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

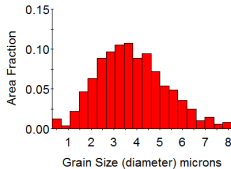
## Echantillons isolants



"Verre" cristallisé  
pas de dépôt conducteur  
pas : 0.1 µm  
25 kV, ~2nA  
N<sub>2</sub>: pression 20 Pa

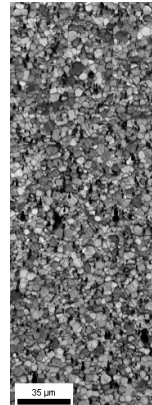
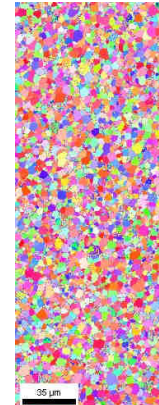
He & al., J. Opt. Soc. Am. B, 31, No. 2, (2014)

Alumine  
pas de dépôt conducteur  
pas : 0.2 µm,  
25 kV, ~2nA  
N<sub>2</sub>: pression 15 Pa



Area Fraction

Grain Size (diameter) microns

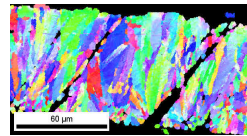
35 µm

Fe electro-déposé sur alumine  
30 kV, N<sub>2</sub> pression 20 Pa


support  
alumine

Fe

Résine



60 µm

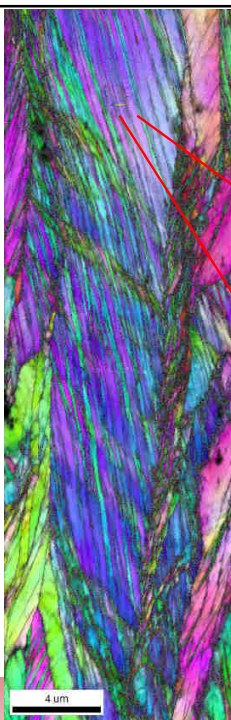


Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

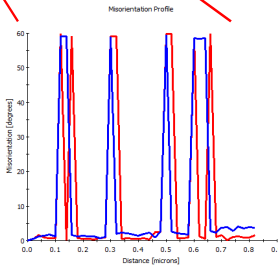
## EBSD haute résolution alliage de Ni

Courant 2 nA – HT 15 kV

pas d'acquisition  
20 nm                      10 nm



4 µm

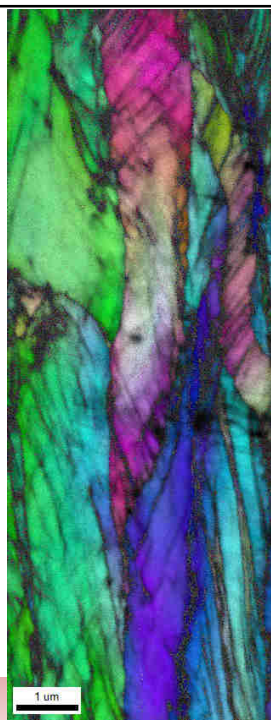


Misorientation Profile

Misorientation (degrees)


Distance (microns)

— Point-to-point  
— Point-to-origin



1 µm

Wang & al., Mat. Sc. F., 702-703 (2012)



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## EBSD à faible pas d'acquisition

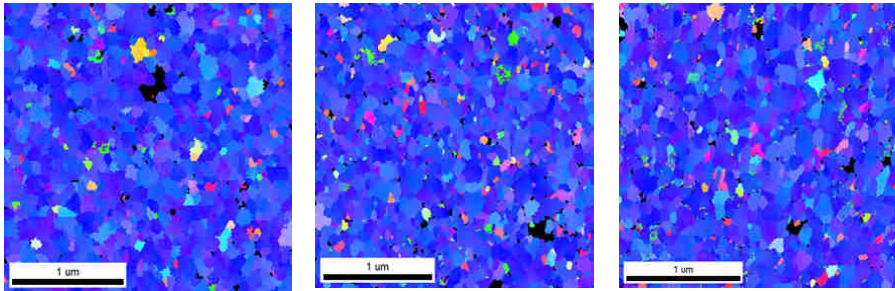
Courant 2 nA – HT 15 kV  
dépôt base Ni

pas d'acquisition

20 nm

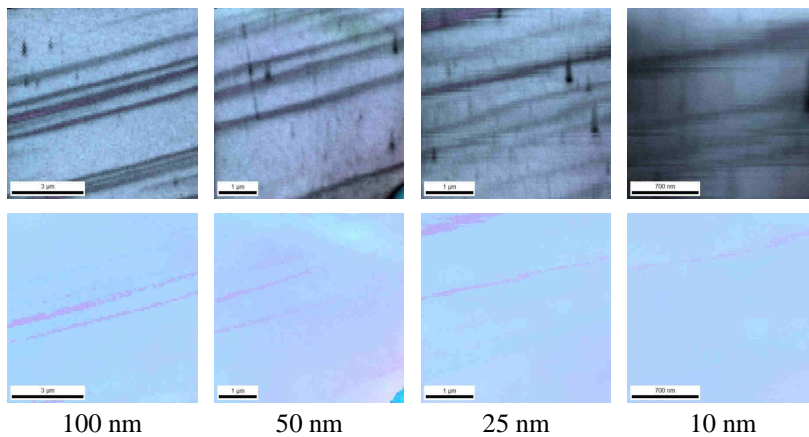
10 nm

5 nm



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## Effet de la taille du pas d'acquisition



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

### EBSD en mode transmission

Faisceau d'électrons

← mode off axis

Faisceau d'électrons

échantillon

→ mode on-axis

Pièce polaire

Détecteur

LEM3 / Metz

Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

### Influence de l'épaisseur de l'échantillon sur la diffraction

S. Suzuki, JOM, 65 (2013) 1254

a b c d e f

4 μm

(a) (b)

(c) (d) (e) (f)

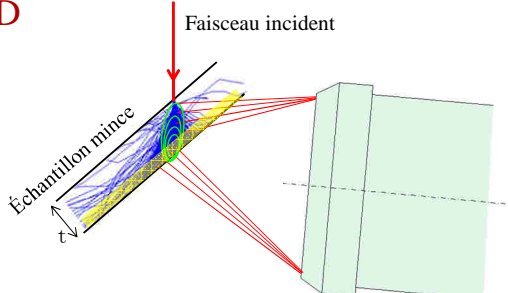
On-axis

40      60      200      300 nm

Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

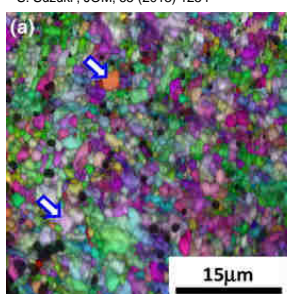
LEM3 / Metz

### Source du signal EBSD

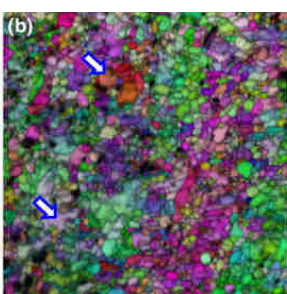


Faisceau incident  
Échantillon mince  
 $t$

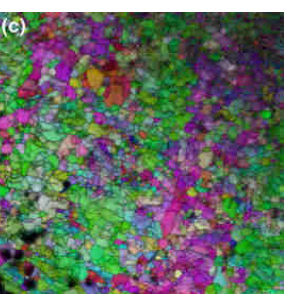
S. Suzuki, JOM, 65 (2013) 1254



(a)



(b)




(c)

15  $\mu\text{m}$

Face supérieure EBSD

Face inférieure EBSD

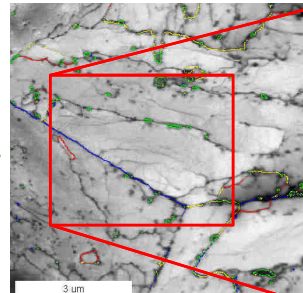
EBSD en transmission



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

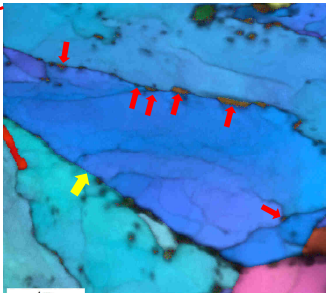
### Exemples de cartographies

Off-axis



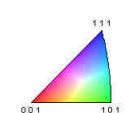
3  $\mu\text{m}$

S. Suzuki, JOM, 65 (2013) 1254

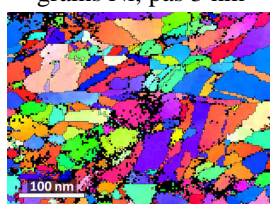


1  $\mu\text{m}$

Acier et pttés CrC  
HT : 25 kV  
Pas : 10 nm  
Mag : 20 kx




grains Ni, pas 3 nm



100 nm


$\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{SrAl}_2\text{O}_9$ , pas 10 nm



100 nm

On-axis

LEM3 / Metz

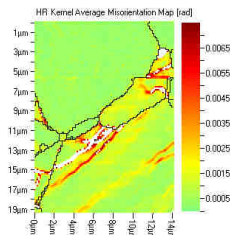
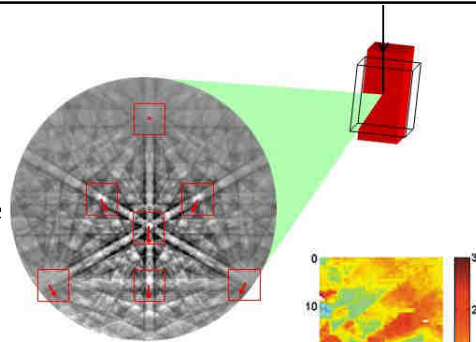


Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

## EBSD HAR

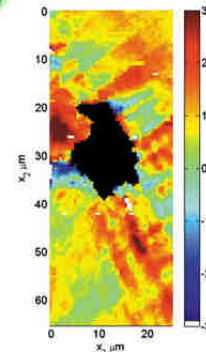
### CrossCourt 3

En analysant de très près, par une méthode corrélative, des clichés EBSD acquis à haute résolution en MEB, il est possible de remonter aux contraintes élastiques résiduelles et d'obtenir également des cartographies de désorientation de haute résolution.



Cartographie de désorientation à haute résolution ( $< 1/100^\circ$ ) sur titane

Cartographie de la distribution des contraintes résiduelle autour d'un précipité (carbure – noir) dans un alliage à base de nickel.



→ Caméra 2k x 2k recommandée, montage pour déterminer le PC et logiciel spécifique  
Wilkinson, Meaden & Dingley (2006), Mater Sci Tech., 22 1271-1278.



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017

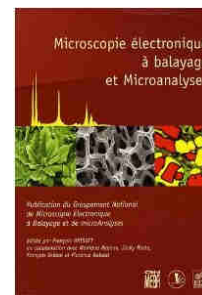
## Merci pour votre attention



On y parle d'EBSD !  
en anglais ou en français



Publications et éditions du GN-MEBA  
Disponible en direct chez EDPSciences  
Voir site du GN-MEBA



Ecole d'été GN-MEBA – Bordeaux 2017