



Ecole d'été de microscopie électronique à balayage et de microanalyses
Université de Bordeaux, du 3 au 7 juillet 2017

TDC-3 : EBSD (durée 1h30)

Coordinateurs : François Brisset, Bénédicte Guéraud et Angeline Poulon,

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.
- Si possible, le stagiaire aura vu comment acquérir des cartographies EBSD et EDS jumelées.

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 – cumuler déplacements faisceau et platine)
- 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 la démonstration de l'effet, si nécessaire.
- Contrôle de la caméra (binning, gain, suppression du bruit de fond, intégration du signal,...), faire la démonstration des effets, si nécessaire.

3.1.3. Etalonnage du système

- Notion de centre du cliché (pattern center - fig. 5)
- Calibration (échantillon connu, distance entre pôle)
- Ajustement automatique (variation de la position de l'échantillon / l'échantillon de calibration).

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 hexagonal ou carré

3.1.7. Acquisition EBSD et EDS en simultané

- Si possible sur le système, se préparer à lancer une acquisition EBSD
- Régler le détecteur EDS (constante de temps en fonction du nombre de coups, sélectionner les éléments d'intérêt, etc).
- Lancer une cartographie couplée.

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

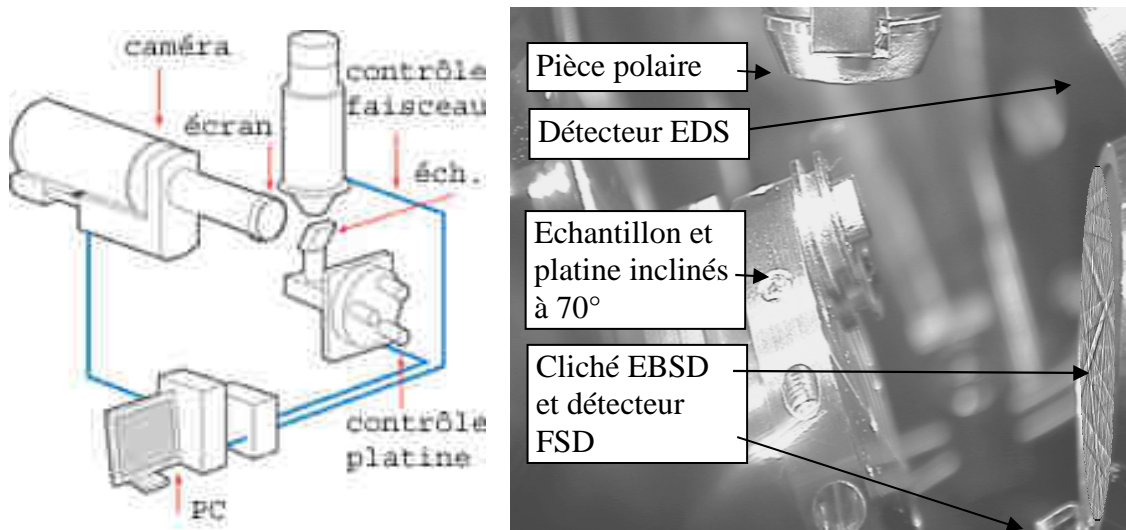


Fig. 1 – Système EBSD schématisé et chambre MEB avec son détecteur.

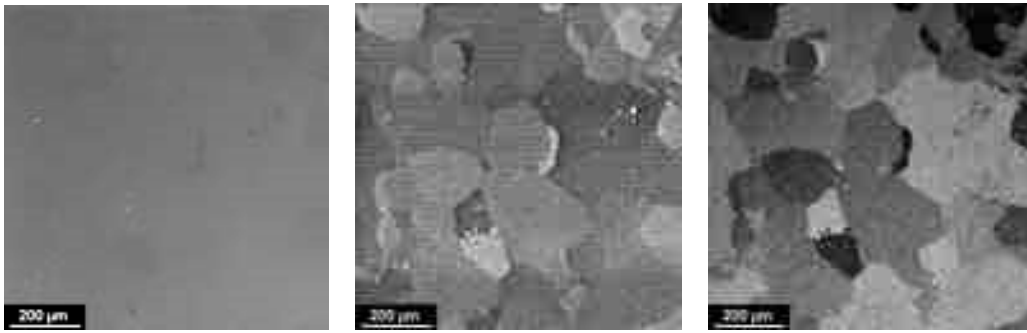


Fig. 2 – Echantillon de superalliage base Ni, images SE, AED et BSE, respectivement.

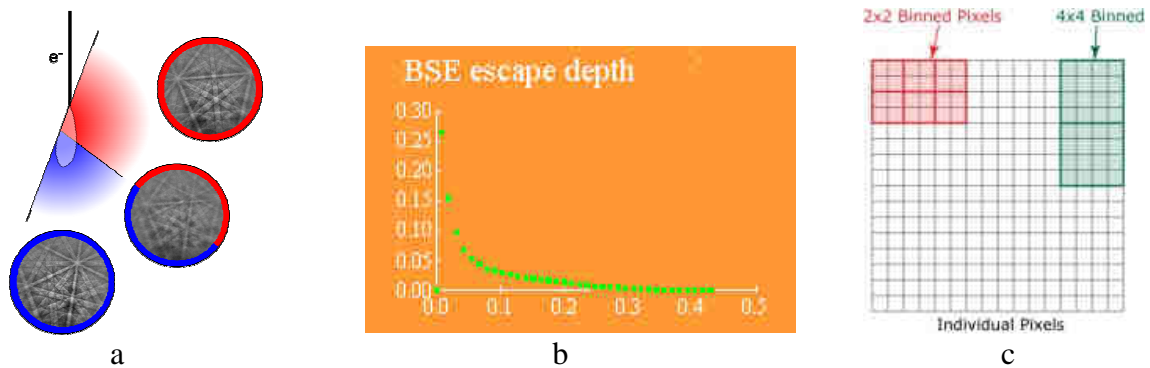


Fig. 3 – a : schéma montrant la forme "allongée" de l'interaction électrons/matière avec 70° d'inclinaison et b : profondeur d'échappement des électrons simulée pour du Fe à 20 kV et à 70° d'inclinaison, c : binning.



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

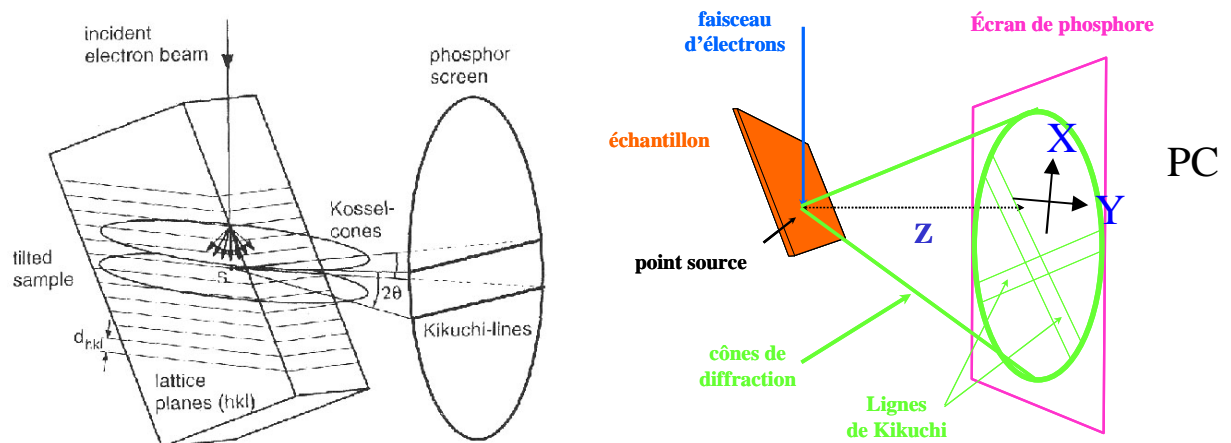


Fig. 5 – cône de diffraction et schéma référentiel échantillon/écran-caméra

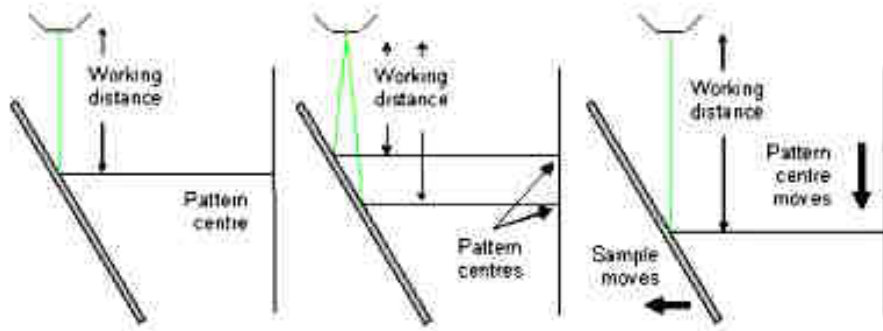


Fig. 6 – Modification de la distance de travail et de la position du ‘pattern centre’ en fonction de la position du faisceau par rapport à l’échantillon.

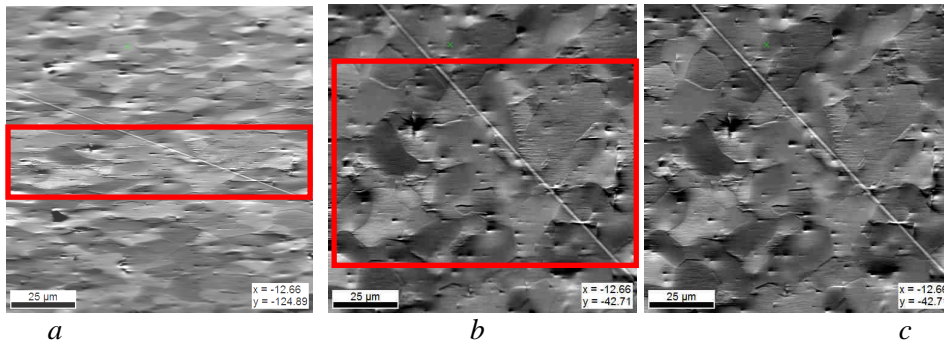
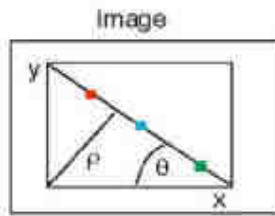
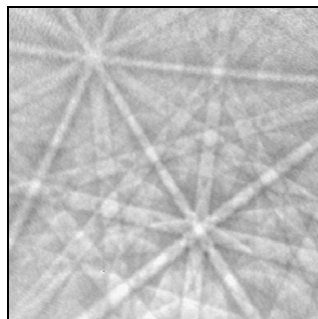
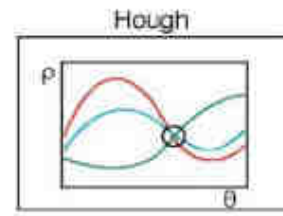


Fig. 7 – Image type BSE, repérage sur un échantillon en fonction des options du MEB sur un échantillon incliné à 70° avec focalisation au centre, a) sans correction de dynamique focus (DF) et sans correction d’inclinaison (CI), b) sans DF et avec CI, et c) avec DF et avec CI. En rouge la zone plus ou moins nette sur les images a et b. Sur l’image c, toute la zone est focalisée correctement.



A straight line is defined by the ρ and θ



In Hough space a straight line corresponds to a point

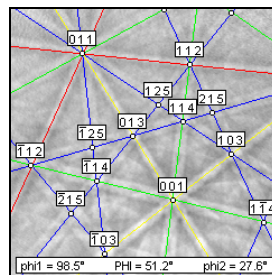
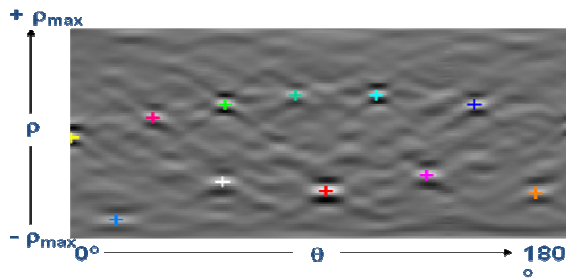


Table I. Interplanar Angle Look-Up Table (ϕ_1)		
Angle	$(hkl)_1$	$(hkl)_2$
25.24	200	311
29.50	111	311
31.48	220	311
35.10	311	$31\bar{1}$
35.26	111	220

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

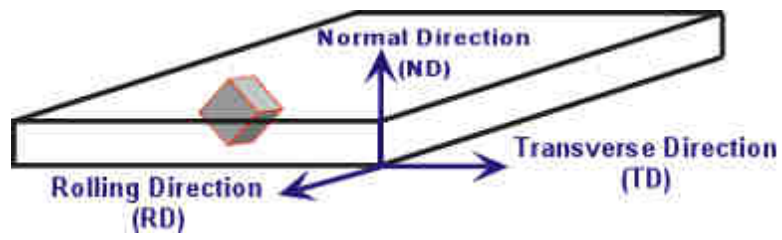


Fig. 8 – Schéma représentant un cristal et le repère échantillon.

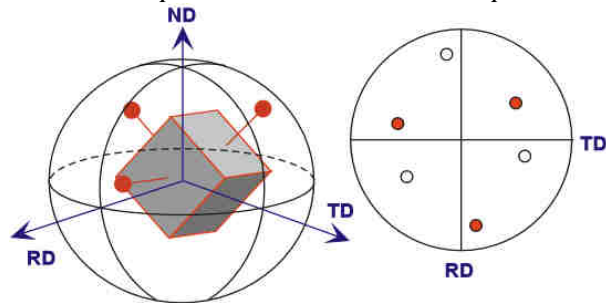


Fig. 9 – Schéma représentant le tracé d'une figure de pôle pour un cristal cubique.