



Journées pédagogiques 2013

L'analyse EBSD – Evolutions et exemples D'APPLICATION

Lundi 25 Novembre 2013

09h00 - 09h30 Accueil

09h30 - 10h30 Résultats concernant l'échantillon test, analyses statistiques (Jacky Ruste, GN-MEBA)

La dernière inter-comparaison entre laboratoires concernant l'analyse EDS ou WDS d'un échantillon a été lancée lors des journées pédagogiques de décembre 2012.

L'échantillon choisi était un « verre métallique » base Ni, conducteur et homogène. Cobalt, chrome, molybdène, fer et bore entrent également dans sa composition.

Une synthèse de toutes les analyses reçues sera présentée.

10h30 - 14h00 Exposition Constructeurs avec pause café et repas (buffet froid) offerts aux adhérents du groupement par le GN-MEBA et les constructeurs - Stand EDP Sciences

14h00 - 14h30 Assemblée Générale

14h30 - 15h15 Etat de l'art, techniques de diffraction en MEB et généralités sur l'EBSD (Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon, Mines-Paristech, Evry)

En introduction à ces Journées pédagogiques, on présentera les principes de la technique EBSD (formation et traitement des clichés de diffraction), les conditions opératoires (géométrie du système, conditions d'acquisition et de dépouillement des clichés) et le traitement des données (identification de phases, cartographies d'orientation, représentation des orientations cristallines).

On mentionnera également les avantages et les limites de cette technique par rapport aux autres techniques de caractérisation des orientations cristallines.

La conférence sera illustrée par des exemples dans différents domaines d'application (transformations de phase, mécanismes d'endommagement et de rupture...).

15h15 - 15h45 Historique (François Brisset, Université Paris-Sud, Orsay)

Cette courte conférence retracera quelques-unes des étapes de l'évolution de cette technique cristallographique, allant de la découverte des clichés de Kikuchi aux clichés EBSD que nous connaissons actuellement dans nos MEB.

15h45 - 16h15 Pause

- 16h15 - 16h45** Notions de cristallographie pour l'EBSD. Aspect texture et comparaison entre EBSD, DRX et neutrons - différences et complémentarité (Denis Solas, Université Paris-Sud, Orsay)
- 16h45 - 17h15** EBSD et 3D (Stefan Zaefferer, Max-Planck-Institut GmbH, Düsseldorf)
- 17h15 - 17h45** EBSD et applications in-situ (méca, chauffage, etc.) (Anne-Laure Helbert, Université Paris-Sud, Orsay)
- Au cours de cette conférence, nous allons passer en revue différentes expérimentations EBSD in-situ.*
- Nous présenterons les possibilités d'études offertes par les essais mécaniques ou de chauffage in-situ. Cela concernera les essais de traction, par exemple, ou de recristallisation in-situ.*
- Concernant ce dernier point, une étude comparative de deux matériaux cfc de forte et moyenne énergie de défauts d'empilement (Aluminium et Cuivre) sera présentée dans le but de mieux comprendre les mécanismes de recristallisation ainsi que la formation de la texture associée*
- 17h45 - 18h15** Un complément à l'EBSD: la technique ICCE - Comparaison (Stefan Zaefferer, Max-Planck-Institut GmbH, Düsseldorf)

Mardi 26 Novembre 2013

- 09h00 - 09h30** Préparation des échantillons (Bénédicte Brugier, AREVA NP, Le Creusot)
- La faible profondeur d'échappement des électrons contribuant à la formation des clichés de diffraction EBSD oblige l'opérateur à être très exigeant sur la préparation des échantillons (pas d'écaillage de surface, pas de rugosité, propreté, etc.).*
- Ceci est en partie dû au fait que cette technique requiert une inclinaison de l'échantillon de 70°.*
- La présentation établira un passage en revue des différentes techniques de préparation de surface et des bonnes pratiques associées.*
- Les avantages et les inconvénients de chaque technique de préparation seront discutés...*
- 09h30 - 10h00** EBSD et bio-matériaux (Xavier Bourrat, BRGM, Orléans)
- Les bio-matériaux représentent un des exemples d'application les plus spectaculaires de la technique d'EBSD. Ce sont des matériaux multi échelle où la texture joue un rôle structurant fondamental. Ils représentent un enjeu à l'interface de nombreuses disciplines. Les cristallographes s'intéressent à leur mode de croissance. Les mécaniciens étudient l'effet composite, c'est-à-dire l'impact de la texture sur leur ténacité ou sur leur contrainte à rupture exceptionnelle. Les chercheurs en science des matériaux les observent comme source de biomimétisme et naturellement les biologistes cherchent à les greffer ou à les réparer.*
- Après avoir contextualisé les enjeux, cette conférence fera la synthèse des travaux dans le domaine.*

Elle montrera en particulier, la facilité d'emploi qu'apporte aujourd'hui l'EBSD -technique mature- ainsi que sa capacité à répondre à toutes les échelles nano/micro mais aussi micro/milli.

Une comparaison sera donnée avec les techniques plus traditionnelles comme par exemple la diffraction en chambre de texture ou la microscopie électronique notamment en fond noir ou en microdiffraction.

10h00 - 10h30 Pause

10h30 - 11h00 Analyse des contraintes par EBSD (Patrick Villechaise, ENSMA Poitiers))

L'EBSD est aujourd'hui conventionnellement utilisée pour rendre compte des effets d'orientation cristallographique dans le domaine de la déformation et de l'endommagement des métaux et alliages. Il est ainsi possible d'analyser les systèmes de glissement plastique qui se développent au sein des grains, d'identifier des configurations cristallographiques locales qui favorisent l'amorçage de fissures, ou bien encore de prendre en compte l'influence de texture sur ces processus. Des exemples concrets illustreront ces aspects.

A l'échelle locale, la transition entre microplasticité et premiers stades d'endommagement résulte de processus différents selon les microstructures et/ou les conditions mécanique de sollicitation. Les problématiques d'incompatibilités de déformation et / ou de contraintes locales sont au coeur de ces sujets. Nous verrons à partir d'un exemple détaillé comment l'utilisation d'une technique récente d'EBSD à haute résolution angulaire permet d'enrichir la compréhension de ces processus...

11h00 - 11h30 EBSD sur lames minces (Fabrice Gaslain, Mines-Paristech, Evry)

La caractérisation microstructurale d'échantillons par la technique EBSD est désormais utilisée en routine dans les laboratoires d'étude des matériaux. Elle permet d'obtenir automatiquement et rapidement des cartographies d'orientations avec une précision sur l'orientation de l'ordre de 0,5°. En revanche, la résolution spatiale est médiocre et se limite à environ 50 nm.

En complément de cette technique, de nombreux laboratoires utilisent la diffraction électronique dans un MET lorsqu'une meilleure résolution spatiale est nécessaire puisque celle-ci peut atteindre 2-3 nm.

Depuis 2010, plusieurs groupes de recherche ont regardé la possibilité d'associer le meilleur de ces deux techniques. Ils ont rapidement montré que l'EBSD en transmission (t-EBSD : transmission EBSD ou encore TKD : Transmission Kikuchi Diffraction) effectuée dans un MEB avec un système EBSD commercial récent permet d'obtenir facilement des cartographies dont la résolution spatiale est bonne (~10 nm) tout en maintenant une précision sur l'orientation de l'ordre de 0,5°.

Lors de cette présentation nous effectuerons un état de l'art de l'EBSD en transmission illustré par de nombreux exemples obtenus sur des lames minces et des nanomatériaux. Nous montrerons la mise en œuvre de cette technique, ses avantages et ses limitations..

11h30 - 12h00 Couplage EBSD et essais mécaniques, ingénierie des joints de grains, aspects technologiques (Denis Boivin, Onera, Chatillon)

Le couplage d'informations cristallographiques accessibles par analyse EBSD et du champ de déformation obtenu par microextensométrie par MEB à l'issue d'essais de fluage haute température d'un alliage métallique a permis d'identifier et mesurer le phénomène de glissement aux joints de grains, étudié dans le cadre plus général de l'ingénierie des joints de grains.

Cette présentation a pour objet d'exposer les divers aspects de la méthode mise au point, avec le traitement spécifique des données EBSD, la méthode de microextensométrie à chaud par MEB, et le couplage et exploitation des données.

12h00 - 13h30 Déjeuner libre

13h30 - 14h00 Couplage EBSD et EDS (Gilles Morvan, Labo. Hydrologie et Géochimie, Strasbourg)

Jean-Emmanuel Martelat : Laboratoire de géologie de Lyon - Terre, planètes et environnement (UMR 5276), Karim Malamoud : Institut des Sciences de la Terre (ISTerre, UMR 5275 Grenoble), Karel Schulmann – Institut de Physique du Globe de Strasbourg (IPGS, UMR 7516)

La diffraction des électrons rétrodiffusés permet de déterminer in-situ l'orientation des cristaux, cependant, dans les cas complexes, cette méthode ne peut habituellement pas être utilisée seule sous peine d'obtenir des résultats erronés. En pétrologie, les nombreuses phases présentes dans les échantillons et l'existence de solutions solides complexes imposent ordinairement de caractériser chimiquement le minéral en préalable à son indexation cristallographique, spécialement lorsque l'on travaille en mode cartographique.

Un exemple d'analyses combinées EDS et EBSD grand champ (~15 x 10 mm), réalisé sur des roches quartzo-feldspathiques à grenats et déformées à hautes températures et hautes pressions (≥950°C/ 7-9 kbars), sera développé au cours de cette présentation.

14h00 - 14h30 Couplage EBSD et Raman (Guillaume Wille - Abdeltif LAHFID, BRGM, Orléans)

L'EBS est une technique de micro-caractérisation des matériaux cristallins en utilisant la diffraction d'électrons. Elle permet d'obtenir des informations de cristallographie microstructurale, de déterminer la nature du matériau et de mesurer l'orientation cristallographique d'une cristallite, dans un matériau mono- ou poly-cristallin. En géosciences, elle est notamment appliquée à l'identification des phases et la cartographie d'orientation cristalline.

La micro-spectroscopie Raman est une technique de spectroscopie vibrationnelle basée sur la diffusion inélastique d'un rayonnement monochromatique dans un matériau cristallin ou amorphe (effet Raman). Le transfert d'énergie entre le rayonnement initial et un groupement moléculaire donne naissance à des bandes observées sur le spectre Raman. Par exemple, dans le cas d'un matériau cristallin, la micro-spectroscopie Raman permet également d'obtenir des informations sur la nature des phases et l'orientation cristalline à l'échelle microscopique.

Couplées à l'intérieur d'un MEB, ces 2 techniques pourraient, par certains côtés, paraître redondantes. Après un bref rappel de la micro-spectroscopie Raman et de l'appareillage dans et hors du MEB, nous présenterons, à l'aide de différents exemples, les spécificités de ces deux techniques et leur forte complémentarité pour l'étude microstructurale des matériaux et minéraux.).

14h30 - 15h00 La diffraction de Kossel en MEB (Raphaël Pesci, Arts et Métiers Paristech, Metz)

La diffraction des rayons X est une technique non destructive fréquemment utilisée en sciences des matériaux pour déterminer les contraintes résiduelles à une échelle macroscopique.

Du fait de la complexité croissante des nouveaux matériaux et de leurs applications, il devient de plus en plus nécessaire de connaître l'état de déformation/contrainte à une échelle plus petite. Dans ce sens, un outil expérimental appelé microdiffraction Kossel a été développé en microscope électronique à balayage et permet de déterminer à la fois l'orientation cristallographique et les déformations/contraintes avec une résolution spatiale de plusieurs micromètres.

Une méthodologie expérimentale a été mise en place de manière à optimiser la qualité des clichés enregistrés et leur traitement avec un logiciel dédié.

La procédure de détermination des contraintes a été validée en étudiant des monocristaux sous chargement mécanique in situ et a ensuite été appliquée à des matériaux polycristallins en diminuant progressivement la taille de grains.

15h00 - 15h30 Améliorer la résolution angulaire de l'EBSD : pourquoi? comment? (Claire Maurice, Ecole des Mines St-Etienne)

Aujourd'hui, la résolution angulaire relative des systèmes EBSD est de l'ordre de 0,3 à 0,5°. Cette limitation est le prix à payer pour des caméras et des algorithmes d'indexation toujours plus rapides.

Dans la plupart des études, cette résolution angulaire est largement suffisante. Il existe cependant des cas où cette limite devient un frein, comme par exemple les mesures de distorsion élastique du réseau cristallin pour l'analyse des contraintes résiduelles.

L'exposé présentera les principes géométriques permettant d'analyser les diagrammes EBSD avec une résolution angulaire de l'ordre de 10^{-4} radians. Deux approches seront traitées : la première, relative, repose sur des techniques de corrélation d'images permettant de mesurer les distorsions entre deux diagrammes et d'en déduire les distorsions élastiques du réseau cristallin entre les deux volumes sondés.

La seconde met en oeuvre une détection avancée des bords des bandes de Kikuchi sous forme d'hyperboles physiquement plausibles, pour une évaluation "absolue" de la distorsion du réseau.

Quelques exemples d'applications seront présentés.

Un accent particulier sera mis sur les limites actuelles des techniques à haute résolution angulaires, qui en sont encore au stade de développement.

15h30 - 16h00 Table ronde sur les exposés et questions diverses