

## Cartographie d'orientations par MET

Emmanuel BOUZY<sup>a,\*</sup>, Jean-Jacques FUNDENBERGER<sup>a</sup>, Daniel GORAN<sup>a</sup>, Thierry GROSDIDIER<sup>a</sup>, Adam MORAWIEC<sup>b</sup>

<sup>a</sup> LETAM – UMR CNRS 7078, Université de Metz, Ile du Saulcy, 57000 METZ

<sup>b</sup> IMIM, PAN, Reymonta street, KRAKOW (Poland)

---

**Résumé** – Les principaux éléments du système de cartographie d'orientations par MET sont présentés. Ses performances en termes de résolution angulaire et de résolution spatiale sont discutées. Suivent plusieurs exemples d'application et notamment celui d'un matériau fortement déformé qui présente une structure multi-échelle. Il est montré à travers cet exemple que la cartographie d'orientations par EBSD et la cartographie d'orientations par MET sont complémentaires. En particulier cette dernière technique permet de mettre en évidence, à très fine échelle, la microstructure constituée de sous-grains faiblement désorientés.

---

### 1. Introduction

La cartographie d'orientations par EBSD mise en œuvre dans le MEB est bien connue et elle est largement utilisée dans les laboratoires de science des matériaux. [1, 2] La cartographie d'orientations par MET est moins connue et encore bien moins utilisée. Pourtant elle présente certaines spécificités qui en font un outil intéressant et bien souvent complémentaire de la méthode EBSD dans nombre d'applications.

Des méthodes de cartographie d'orientations reposent sur l'indexation de diagrammes de points.[3] La méthode présentée ci-dessous repose sur l'indexation de diagrammes de Kikuchi ou de diagrammes CBED, [4] et elle est complètement automatique.[5]

### 2. Présentation du système

Les différents éléments du système sont présentés sur la figure 1. Le faisceau d'électrons est défléchi automatiquement de manière à décrire pas à pas les différents points d'une grille définie au préalable sur l'échantillon. En chaque point, il y a acquisition du diagramme de diffraction, correction et enregistrement. La détection des couples de lignes (ou bandes) qui composent les diagrammes de diffraction, leur indexation et la détermination de l'orientation se font ultérieurement, après acquisition à l'aide d'un ensemble de programmes développé au laboratoire et appelé Euclid's Phantasies (E.P.). Le programme d'identification des bandes est basé sur la transformée de Hough. Le programme d'indexation des bandes et de détermination des orientations prend en compte à la fois la largeur et les angles que forment les bandes entre elles. Il repose sur des procédures de minimisation des différences entre angles et largeurs mesurées et angles et largeurs théoriques.

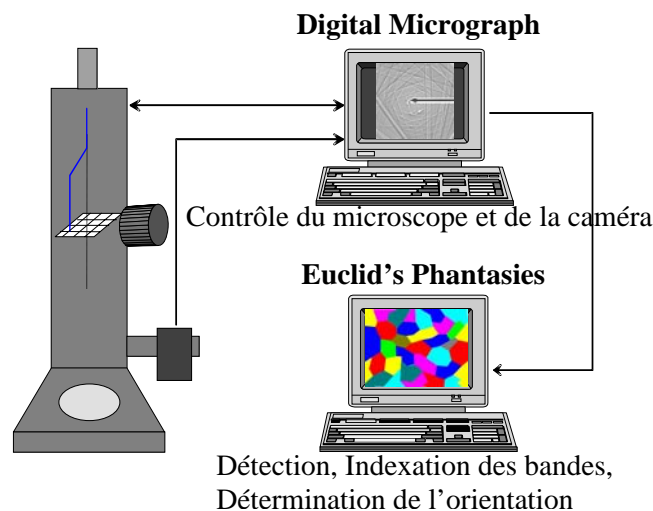


Figure 1 – Système automatique de cartographie d'orientations par MET

### 3. Résolution angulaire et résolution spatiale

Il a été établi, par des mesures faites sur un monocristal de silicium, que la résolution angulaire, dans les conditions standard d'acquisition de cartographie d'orientations, est inférieure à  $0.15^\circ$ . La résolution spatiale est plus difficile à estimer dans la mesure où elle dépend de nombreux facteurs tels que la taille du faisceau d'électrons, le type de canon, le numéro atomique du matériau, l'épaisseur de l'échantillon... Elle est dans le meilleur des cas de l'ordre de quelques nanomètres.

---

\* Auteur à contacter : bouzy@univ-metz.fr – Tel : 03 87 31 53 96

#### 4. Applications

Grâce à son excellente résolution angulaire et à sa bonne résolution spatiale, la cartographie d'orientations par MET est particulièrement bien adaptée à l'étude des microstructures ultrafines. C'est ainsi qu'elle a été utilisée pour l'étude des premiers stades de la recristallisation.[6] Un autre exemple particulièrement intéressant est celui des microstructures obtenues par de très fortes déformations plastiques. En effet, ces microstructures présentent des caractéristiques structurales et souvent des hétérogénéités à plusieurs échelles. A l'échelle de l'échantillon – à l'échelle des hétérogénéités de déformation telles que les bandes de déformation ou les bandes de cisaillement – à l'échelle des sous-grains. Nous montrons que pour bien appréhender ces microstructures complexes, il est nécessaire d'utiliser de manière croisée et complémentaire différentes techniques. Chacune à l'échelle qui lui est propre. La microscopie optique, l'EBSD mise en œuvre dans le Microscope Electronique à Balayage, la cartographie d'orientations mise en œuvre dans le Microscope Electronique à Transmission. En particulier, cette dernière technique permet de mettre en évidence, grâce à son excellente résolution angulaire, la structure en sous-grains du matériau comme on peut le voir sur la cartographie d'orientations ci-dessous où les sous-grains représentés en blanc ont une désorientation comprise entre  $0.3^\circ$  et  $3^\circ$ . [7]

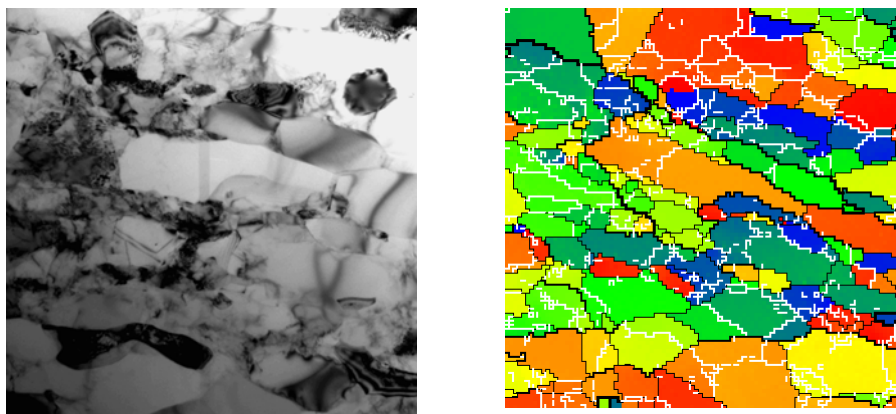


Figure 2 – Image en champ clair et cartographie d'orientations correspondante de nickel fortement déformé

#### 5. Conclusion

La cartographie d'orientations par MET, est une technique qui, par rapport aux techniques traditionnelles d'imagerie en champ clair, apporte des informations supplémentaires concernant l'orientation, la taille des grains ou sous-grains et la désorientation associée aux joints de grain. Par ailleurs, grâce à son excellente résolution angulaire et à sa bonne résolution spatiale, elle est particulièrement adaptée à une étude de haute précision des microstructures ultrafines. De plus, elle est souvent complémentaire, à l'échelle qui est la sienne, de la cartographie d'orientations par EBSD.

#### 6. Références

- [1] R.A. Schwarzer, *Automated crystal lattice orientation mapping using a computer-controlled SEM*, Micron **28** (1997) 249-265
- [2] F.J. Humphreys, *Characterisation of fine-scale microstructures by EBSD*, Scripta Mat. **51** (2004) 771-776
- [3] E.R. Rauch, L.Dupuy, *Automated TEM spot diffraction patterns indexing tool*, Arch. Metall. Mater. **50** (2005) 87-92
- [4] S. Zaeferrer, *New developments of computer-aided crystallographic analysis in TEM*, J. Appl. Cryst. **33** (2000) 10-25
- [5] J-J Fundenberger, A. Morawiec, E. Bouzy, J-S Lecomte, *Polycrystal orientation maps from TEM Ultramicroscopy* **96** (2003) 127-137
- [6] H. Paul, A. Morawiec, E. Bouzy, J-J Fundenberger, A. Piatkowski, *Brass-type shear bands and their influence on texture formation*, Met. and Mat. Trans. A **35** (2004) 3775-3786
- [7] D. Goran, J.J. Fundenberger, S. Suwas, E. Bouzy, L.S. Toth, W. Skrotzki, T. Grosdidier, *Heterogeneity of deformation in pure Ni single crystal of cube orientation deformed by ECAE*, ICOTOM 14 : Mat. Sc. Forum (2005) 495-497