

Symposium GN-MEBA - Mercredi 6 juin - 17.00-18.30
Mesures des textures, déformations et contraintes

D.J.Dingley, S Wright (EDAX_TSL, Utah USA)

Techniques in phase identification and determination using EBSD

The procedures for identifying crystal phase from examination of electron backscatter diffraction patterns are well established. The advantages of simultaneous collection of the patterns with an associated chemical fingerprint using x-ray EDS techniques have also significant benefits and elaborate methods of post data collection interrogation have recently been developed. The techniques rely on first using the chemical information to search the established materials data bases to produce a list of potential crystal phases and then seeing which of the crystal phases would produce an EBSD diffraction pattern that best matches the one observed. Because of the reliance on published data bases the techniques are ineffective for crystal phases that have not been observed before and in cases where the diffraction pattern calculated from the known crystallography differs significantly from that observed due to complications such as anomalous line invisibilities or double diffraction effects

A more fundamental method of determining the crystal phase from the observed diffraction pattern alone is required. Significant steps in this respect have now been achieved.

D.J.Dingley*, G Meaden† (*TSL, Utah 84020 USA and Bristol University, † BLG Productions Bristol UK)

Progress in the determination of orientation maps and phase determination using the dark field conical scan technique in the Transmission electron microscope

There has been continued progress in the Dark Field Conical scan technique that was first investigated in 1996 for the determination of crystal orientation maps in the transmission electron microscope. The technique relies on collecting a series of dark field images from a selected area of the specimen as the incident beam is moved so that all points on all diffraction rings observable from that area are successively forced to pass through the objective aperture. From these images a diffraction pattern for each point in the selected area is constructed and analysed to extract the respective crystal orientation. The technique is particularly applicable to nano crystalline materials and studies on platinum and silicon vapor deposited films and highly deformed copper and iron have been successful in this respect. Because of the small size of the crystals and sub-cells in these structures there are frequent instances of superimposed grains through the sample thickness which results in the reconstructed diffraction patterns being complex. This has required the development of a new method for interpreting the patterns based on finding each separate set of points in the pattern that belong to the same crystal. The points in each set are associated as they must fall on the same zero order Laue reciprocal lattice plane or onto its neighbouring first order planes. Computer techniques have been developed to discover each such set of points and to determine automatically the associated crystal orientation.

It has been shown that the dark field conical scan technique can be adapted for extracting diffraction patterns that come from each crystal phase in the specimen. This is done off-line by observing the dark field images formed from separate diffraction rings in the reconstructed patterns. Those rings that arise from a second phase result in the second phase being the only bright crystals in the dark field image. By determining which rings belong to the same phase it is possible to select only those rings for the pattern reconstruction process and hence each reconstructed pattern so formed must arise from the second phase alone.

Anne Laure Etter^{1,2}, Thierry Baudin^{2,1} et Richard Penelle^{2,1} (¹ Université Paris-Sud, Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide, Orsay, ² CNRS, Orsay)

Etude de l'évolution des textures de déformation lors de la recristallisation en fonction de l'énergie stockée, force motrice en recristallisation. Application au fer et au cuivre.

Durant la déformation à froid d'un métal, une petite partie de l'énergie de déformation est stockée dans le matériau sous forme d'énergie élastique, associée à la présence des dislocations. Cette énergie est mesurée pour quelques orientations cristallographiques dans un acier IF-Ti laminé de 40%. Plusieurs méthodes sont alors comparées, de la diffraction des neutrons jusqu'à l'utilisation d'un modèle fondé sur la morphologie des sous-structures de dislocations (Dillamore et al., 1967), en passant par l'information fournie par l'indice de qualité des diagrammes de Kikuchi en diffraction des électrons retrodiffusés. Certaines de ces méthodes sont appliquées à des matériaux cubiques à faces centrées comme le cuivre. Les évolutions de textures lors du recuit et les mécanismes de recristallisation associés sont discutés en fonction de cette énergie stockée.

F. Esposito^{1,a}, F. Barou^{2,b}, J-M. Feppon^{1,c} and Cl. Maurice^{2,d} (¹Alcan CRV, Voreppe ²Ecole des Mines de St Etienne, Microstructures and Processing Department)

Sur la reconstruction des cartes EBSD dans les microstructures restaurées

L'EBSD est une méthode puissante qui permet de cartographier finement les microstructures. L'EBSD donne des informations quantitatives sur des désorientations, les tailles de sous-structures et les dépendances complexes de ces paramètres selon les composantes de texture. En ce qui concerne les microstructures restaurées, la fermeture des contours est une étape qui demande une attention particulière lorsque l'on souhaite obtenir des résultats fiables. Ce document présente un nouveau traitement des cartes EBSD qui ferme complètement les contours des sous-grains. L'originalité de l'approche est d'utiliser un logiciel d'analyse d'image du commerce pour post-traiter les cartes d'acquisition avant l'utilisation de logiciels courants type Channel 5. L'algorithme de post-traitement comprend 3 opérations distinctes : dans un premier temps les sous-joints de grains sont détectés en utilisant les indicateurs Band Slope en Band Contrast, ensuite les contours sont fermés par une routine dédiée, et finalement chaque pixel indexé dans un sous-grain donné se voit affecter le jeu d'angles d'Euler du pixel ayant été le mieux indexé. Le résultat principal est que les sous-grains apparaissent entièrement fermés dans Channel 5. Le protocole a été étalonné avec la technique GEM (Gallium Enhanced Microscopy) dans un alliage d'aluminium restauré comprenant 0.1% de Manganèse en solution solide.

Kangying Zhu, B. Bacroix, D. Chaubet

(LPMTM-CNRS, Institut Galilée, Université Paris-Nord, Villetaneuse)

Etude de la recristallisation dans un alliage de zirconium par la technique EBSD

L'évolution de la microstructure et de la texture pendant la recristallisation primaire et le stade de croissance du grain succédant la recristallisation primaire, a été étudiée par EBSD. L'observation de la même zone d'un échantillon avant et après recuit a permis la mise en évidence des mécanismes de recristallisation. L'analyse OIM a été utilisée pour mesurer la fraction des grains recristallisés et suivre leur texture cristallographique au cours des recuits. Les résultats montrent que les recristallisations continue et discontinue interviennent simultanément pendant la recristallisation primaire. Les nouveaux grains formés possèdent deux composantes de texture d'intensité équivalente, de type (0001) <10-10> incliné (D) et (0001) <11-20> incliné (R), dès le début et jusqu'à la fin de la recristallisation primaire. Durant le stade de la croissance normale du grain, la composante R se développe aux dépens de la composante D en raison d'une énergie stockée résiduelle plus importante dans les grains d'orientation D. Dans le cas des taux de déformation très élevés, une croissance anormale des grains possédant une orientation préférentielle de type D, se produit au cours des recuits à haute température.