

Cartographie des orientations cristallographiques sur Microscopes Electroniques en Transmission

Edgar RAUCH

Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés - Equipe GPM2

ENSPG, BP 46

38402 Saint Martin d'Hères, France

Les performances, l'efficacité mais également la facilité d'utilisation d'un microscope électronique en transmission peuvent être démultipliées en couplant ce dernier à un ordinateur indépendant. C'est cette idée simple qui est à la base du développement de l'outil de mesure des textures locales ACOM/TEM¹, que l'on se propose de décrire.

Dans son principe, la méthode s'apparente aux mesures des textures locales par EBSP (Electron Back-Scattered Pattern) en microscopie électronique à balayage (MEB). Il s'agit de déterminer point par point l'orientation cristalline du matériau afin de reconstruire les joints de grains, de mesurer les désorientations locales et de caractériser la texture cristallographique. L'utilisation d'un microscope électronique en transmission (MET) permet, d'une part, d'étendre ces travaux à des objets nanométriques et, d'autre part, d'associer les cartographies d'orientations cristallographiques résultantes aux observations par microscopie en transmission conventionnelle des structures internes (phases, sous-structures de dislocations, précipités, etc). L'outil fait appel à un logiciel d'indexation automatique des diagrammes de diffraction. Cette identification utilise une démarche originale qui consiste à calculer au préalable tous les diagrammes de diffraction possibles pour un matériau et des conditions d'observation donnés et à mesurer leur degré de conformité avec le diagramme enregistré par une simple procédure d'identification d'images. D'un point de vue pratique, chaque diagramme de diffraction est numérisé à l'aide d'une caméra CCD via une carte de capture d'images et comparé pixel par pixel avec la série de modèles théoriques pré-calculés.

Pour une caractérisation complète de la zone observée, il est nécessaire de balayer l'aire considérée avec le faisceau électronique nanométrique, d'acquérir en chaque point le diagramme de diffraction et de l'analyser avec le logiciel dédié. Le balayage de la zone est assuré en connectant les bobines déflectrices à une carte D/A contrôlée par le logiciel de commande suivant un schéma sensiblement identique aux accessoires EBSP pour MEB.

Cet outil a été initialement développé pour répondre au problème de caractérisation fine des matériaux hyper-déformés. Ces derniers présentant de fortes contraintes internes, il est apparu préférable d'analyser le réseau de points plutôt que les lignes de Kikuchi pour reconnaître les orientations cristallographiques. L'outil résultant s'avère avoir un fort potentiel pour quasiment toutes les études qui nécessitent l'utilisation du microscope électronique en transmission. La technique particulière de reconnaissance des orientations par corrélation d'images permet d'extraire l'orientation du volume considéré même lorsqu'il y a superposition de plusieurs diagrammes de diffraction. En conséquence, cette démarche est particulièrement adaptée à l'étude des matériaux nanocristallisés qui donnent fréquemment lieu à des diagrammes combinés.

On s'attachera dans cette présentation à discuter les performances de cet accessoire, à savoir les vitesses d'acquisition et de traitement des données (> 20 img/s), la résolution spatiale (conditionnée par la taille du faisceau) et la résolution angulaire (<1°). Les diagrammes de diffractions et plus spécifiquement les réseaux de taches de Bragg sont sensibles à l'ambiguïté dite de 180°. Les stratégies utilisées ou en cours de développement pour réduire cette ambiguïté seront détaillées.

¹ Automated crystal orientation mapping on TEM