

# Cartographies d'orientations cristallines obtenues par série d'image ionique : technique iCHORD

C. Langlois<sup>1\*</sup>, H. Yuan<sup>1</sup>, T. Douillard<sup>1</sup>, B. Van de Moortele<sup>2</sup>, A. Descamps-Mandine<sup>3</sup>, N.P. Blanchard<sup>4</sup> et T. Epicier<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire MATEIS, INSA de Lyon, 7 av. Capelle, 69100 Villeurbanne

<sup>2</sup>Laboratoire de Géologie de Lyon, Ecole Normale Supérieure de Lyon, 46 allée d'Italie, 69364 Lyon

<sup>3</sup>Institut des Nanotechnologies de Lyon, INSA de Lyon, 7 av. Capelle, 69100 Villeurbanne

<sup>4</sup>Institut Lumière Matière, Univ. Claude Bernard Lyon 1, 43 bd du 11 Nov. 1918, 69100 Villeurbanne

\*cyril.langlois@insa-lyon.fr; Téléphone : 04 72 43 61 31

## 1. INTRODUCTION

Obtenir des cartographies d'orientation cristalline sur une zone d'un échantillon polycristallin est crucial en science des matériaux. Ces cartographies permettent d'avoir des informations par exemple sur la texture cristallographique dans le matériau ainsi que sur la présence de contraintes dans les grains, ce qui est très important pour comprendre les propriétés du matériau [1].

Actuellement, ces cartographies locales sont obtenues par Electron Back Scattered Diffraction (EBSD), ce qui nécessite l'installation d'une caméra supplémentaire dans le microscope à balayage. De plus, la géométrie d'acquisition est complexe (platine tiltée à  $\sim 70^\circ$ ), ce qui décroît la résolution spatiale perpendiculairement à l'axe de tilt. Les grandes directions de recherche en EBSD portent actuellement d'une part sur la vitesse d'acquisition et de traitement (high-speed EBSD), et d'autre part sur la précision angulaire (high resolution EBSD). Ceci traduit le besoin constant d'améliorer les méthodes d'obtention de cartographie d'orientation, de manière à faire entrer cette technique de plus en plus en routine au sein des laboratoires industriels (contrôle qualité et recherche/développement).

## 2. METHODE ET RESULTATS

### 2.1 Signature de l'orientation cristalline

La méthode que nous proposons pour obtenir des cartographies d'orientation cristallographique repose sur le phénomène de canalisation d'un faisceau d'ions par les plans cristallins à la surface de l'échantillon. Actuellement, ce phénomène est plutôt utilisé avec un faisceau électronique en relation avec l'observation de défauts cristallins sous la surface (dislocations, fautes d'empilement) mais pas pour produire des cartographies telles que celles obtenues en EBSD. Pourtant, c'est une idée déjà mentionnée par plusieurs auteurs dans le passé [2]. Le principe repose sur l'acquisition sur une même zone d'une série d'images ioniques pour différentes orientations de l'échantillon. La géométrie d'acquisition est détaillée sur la figure 1.

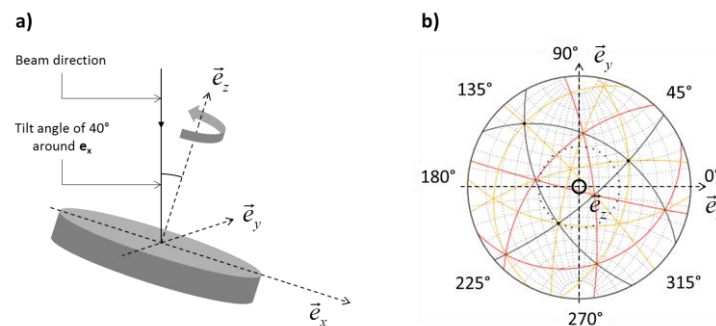


Figure 1: (a) schéma montrant la disposition de l'échantillon et du repère orthonormé ( $\vec{e}_x$  ;  $\vec{e}_y$  ;  $\vec{e}_z$ ) lié à sa surface. Le faisceau incident est représenté verticalement et l'angle de tilt est défini comme l'angle entre le faisceau et la normale à l'échantillon. (b) Exemple de projection stéréographique liée à l'échantillon et son repère de référence. Note : Le cercle en pointillé sur la projection stéréographique correspond au trajet du faisceau pendant une série d'acquisition en rotation autour de  $\vec{e}_z$ , avec un tilt fixe de  $40^\circ$ .

De par le phénomène de canalisation, un pixel de la zone, repéré par ses coordonnées X et Y, aura une intensité différente sur chaque image. On peut donc obtenir pour chaque pixel un profil d'intensité en fonction de la coordonnée décrivant l'orientation de l'échantillon par rapport au faisceau. Ces profils d'intensité présentent des creux correspondant aux angles pour lesquels le faisceau d'ions s'est trouvé parallèle à certaines familles de plan. Un profil d'intensité est donc une signature très fine de l'orientation de l'échantillon.

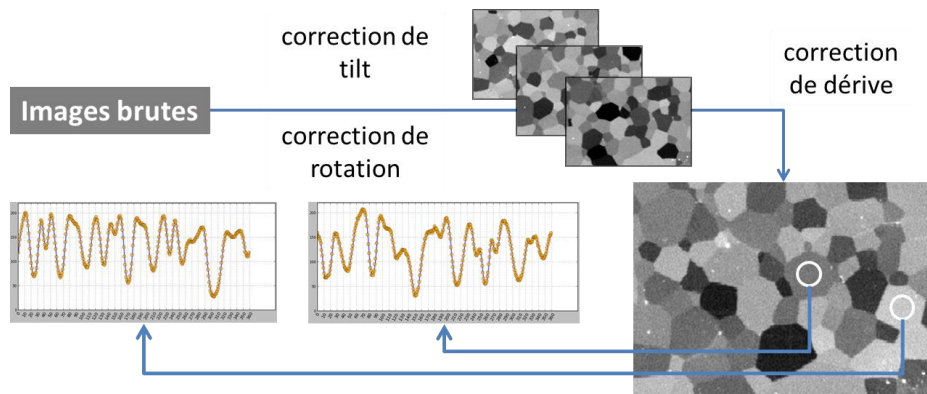


Figure 2: schéma représentant les étapes successives de traitement depuis les images brutes jusqu'à une pile d'images alignées, de laquelle on peut extraire un profil d'intensité en chaque point. Trois profils d'intensité sont représentés, pour trois positions différentes dans la zone d'intérêt.

Pour déterminer l'orientation cristallographique de l'échantillon en un point donné, l'idée consiste à rechercher dans une base de données de profils théoriques celui qui sera le plus proche du profil d'intensité expérimental au point considéré. Les trois angles d'Euler associés au profil d'intensité théorique le plus proche donneront donc l'orientation cristalline en ce point. En se basant sur la théorie de la canalisation, nous avons pu construire une telle base de données, et il nous a donc été possible d'obtenir des cartographies d'orientation cristalline sur un échantillon de TiN.

## 2.2 Résultats

La figure 3 montre la comparaison entre une cartographie d'orientation cristalline obtenue par la technique iCHORD présentée dans cet abstract (a) et la cartographie EBSD moyennée (b) obtenue sur la même zone. La troisième image (c) correspond au calcul de la désorientation entre les cartographies iCHORD et EBSD.

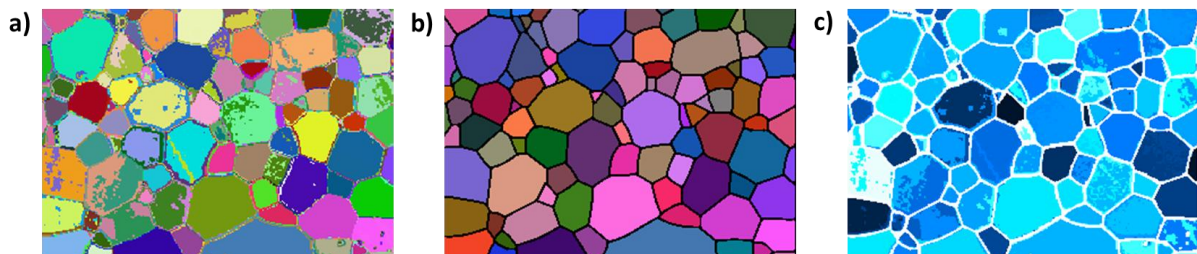


Figure 3 : (a) Cartographie d'orientations cristallines iCHORD (b) Cartographie EBSD moyennée sur chaque grain (c) Cartographie des désorientations entre (a) and (b) avec le code couleur suivant : bleu foncé pour une désorientation de 0°, blanc pour une désorientation de 5° ou plus 5°. Les joints de grains n'ont pas été considérés ici. La désorientation maximum est égale à 4,8°.

La désorientation moyenne entre la cartographie iCHORD et la cartographie EBSD est de 2,3°, avec une désorientation ne dépassant pas 4,8° pour les 50 000 indexations de l'image. La cartographie iCHORD a été réalisée à partir d'une série de 360 images ioniques. Dans l'optique de diminuer le temps d'acquisition de la série, le pas angulaire entre deux images a été augmenté, tout en gardant une plage angulaire de 360°. Ainsi, avec 30 images prises tous les 12°, une cartographie identique à celle obtenue avec un pas de 1° a pu être obtenue, montrant le même accord avec la cartographie EBSD considérée comme la référence.

## 3. CONCLUSION

iCHORD a fait l'objet d'un brevet. Il est nécessaire maintenant d'explorer les potentialités de cette méthode, en termes de résolution, rapidité, fiabilité et étendue du domaine d'application..

## REFERENCES

- [1] Characterization of the Grain-Boundary Character and Energy Distributions of Ytria Using Automated Serial Sectioning and EBSD in the FIB, S.J. Dillon and G.S. Rohrer, *Journal of the American Ceramic Society* (2009) 92 1580–1585
- [2] Crystallographic orientation contrast associated with Ga<sup>+</sup> ion channeling for Fe and Cu in focused ion beam method, Y. Yahiro, K. Kaneko, T. Fujita, W.-J. Moon and Z. Horita, *Journal of Electron Microscopy* (2004) 53 571–576