

Cartographie d'orientations cristallines par contraste de canalisation des électrons : eCHORD



le contraste de canalisation comme alternative à l'EBSD

Cyril Langlois

Équipe « Microscopies » du laboratoire MATEIS

thématique CHORD

Permanents : Th. Douillard, V. Trillaud S. Cazottes, C. Langlois

Post-Doctorant : G. L'Hôte, H. Lannay



CARTOGRAPHIES D'ORIENTATIONS CRISTALLINES



Relations microstructure – propriétés

Microstructure :

répartition des phases, taille de grains, morphologie, relations d'orientation, texture...

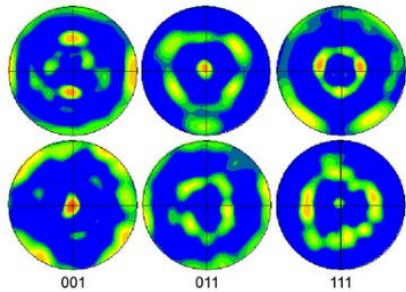
Diffraction

Diffraction des rayons

X



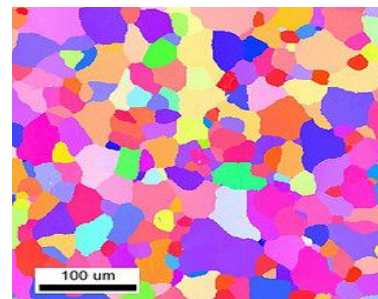
échelle globale



Diffraction électronique



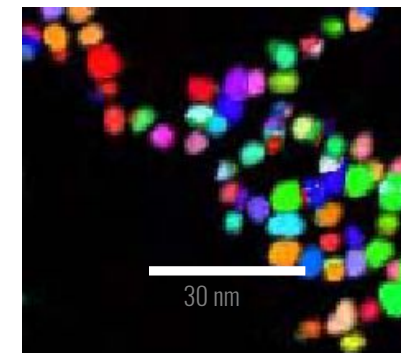
échelle locale



EBSD

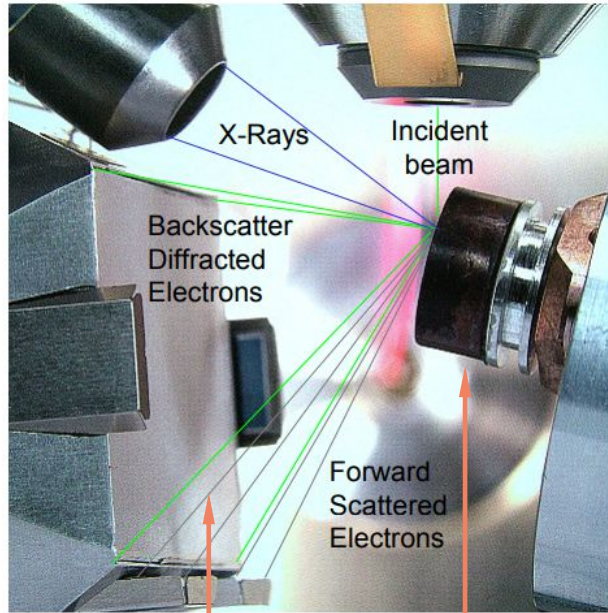


Rauch, E. F. & Véron, M. (2014) Automated crystal orientation and phase mapping in TEM. *Materials Characterization* 98, 1-9.



TEM

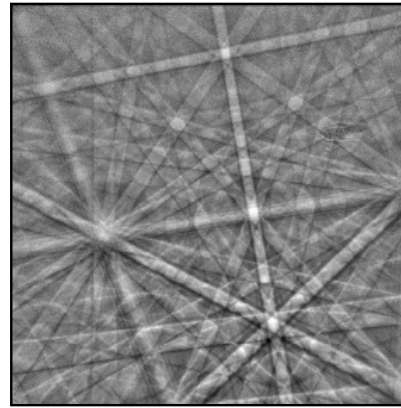
CARTOGRAPHIES D'ORIENTATIONS CRISTALLINES



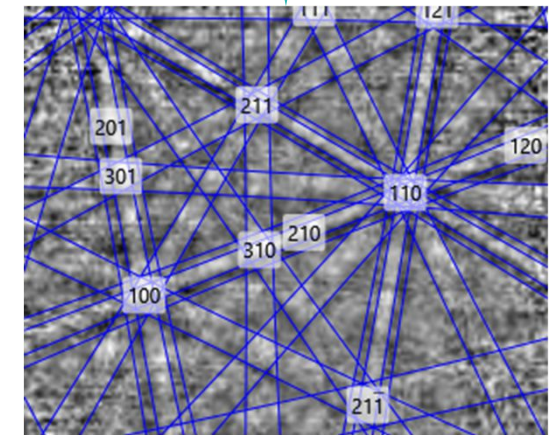
Écran phosphore

échantillon

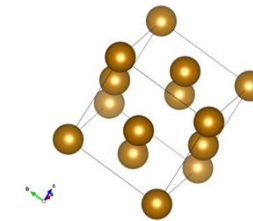
Electron Back Scattered Diffraction



Reconnaissance des lignes de Kikuchi

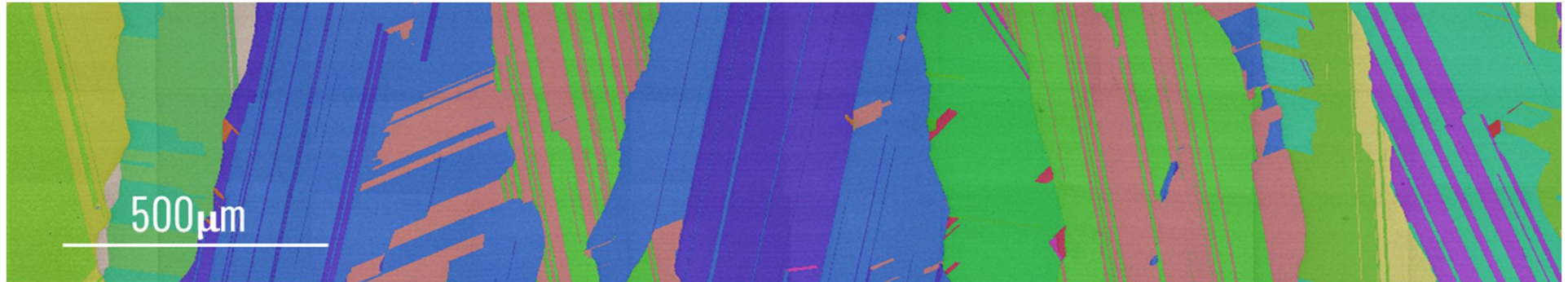


Comparaison à une base de différentes phases



Détermination des trois angles d'Euler décrivant l'orientation cristalline

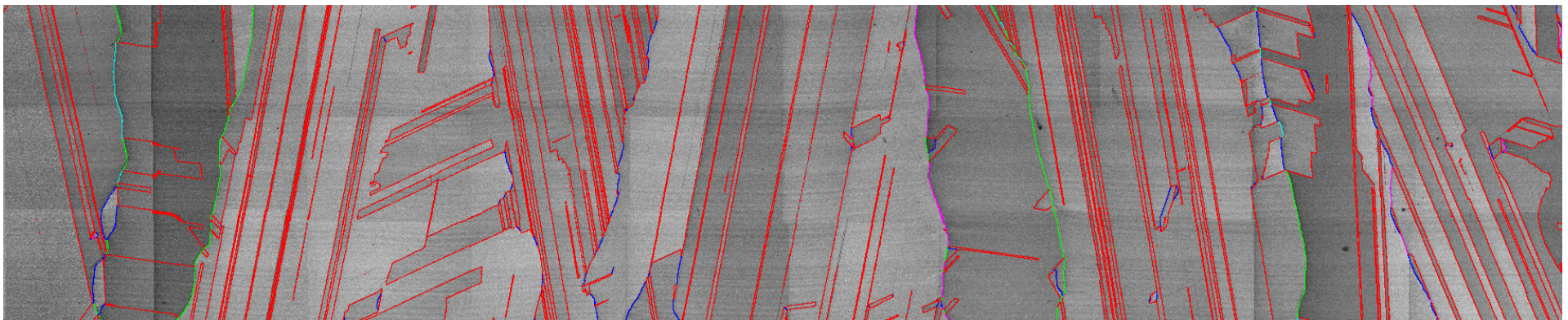
CARTOGRAPHIES D'ORIENTATIONS CRISTALLINES



Informations microstructurales :

- taille de grains
- morphologie des grains
- nature des joints de grains (distribution statistique ; relations d'orientation entre grains)
- microtexture
- contraintes

Cartographies de phases



CARTOGRAPHIES D'ORIENTATIONS CRISTALLINES



Avantages

- technique éprouvée
- acquisition automatique
- indexation automatique
- largement utilisée
- cartographies de phase
- développements récents
 - caméras rapides à détection directe
 - étude des contraintes et déformations

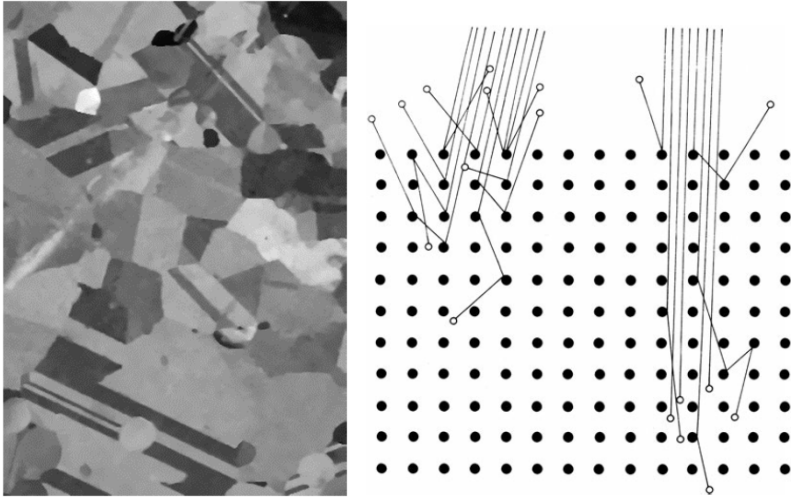
Inconvénients

- caméra supplémentaire
- problèmes de dérive de l'échantillon
- géométrie compliquée si on a de gros échantillons.
- ~100 k€
- échantillons isolants problématiques à fort grossissement

Question

peut-on procéder différemment pour obtenir des cartographies d'orientations ?

LE CONTRASTE DE CANALISATION



Le contraste de canalisation est fonction de l'orientation de chaque grain par rapport au faisceau incident.



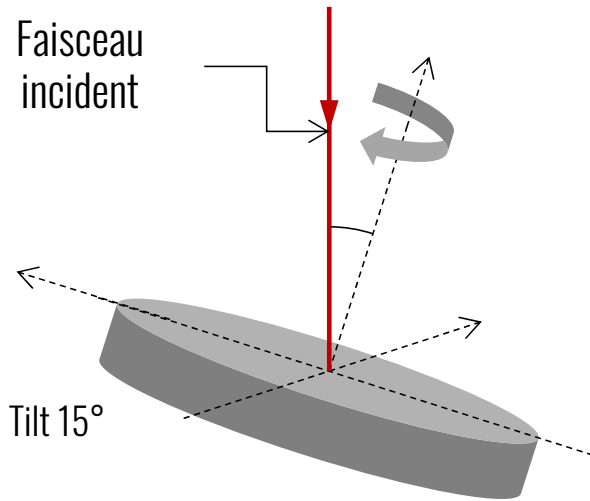
6,4 μm

Développement de l'approche CHORD

Cartographie d'orientations utilisation le contraste de canalisation des électrons



CHORD : PROCÉDURE D'ACQUISITION

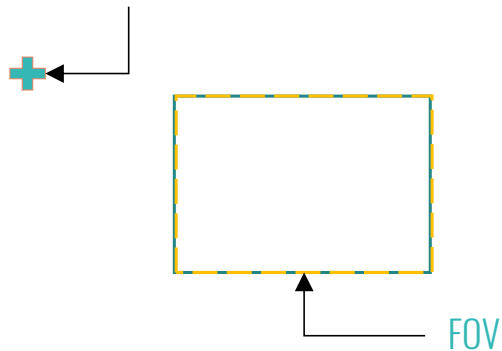


- 1^{ère} étape : inclinaison de l'échantillon ($\sim 10^\circ$)
- 2^{ème} étape : rotation de l'échantillon de 0° à 360°

→ une image est acquise à chaque pas de rotation

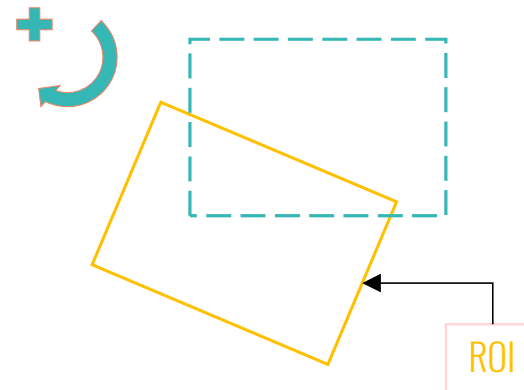
Centre of rotation

Vue du dessus



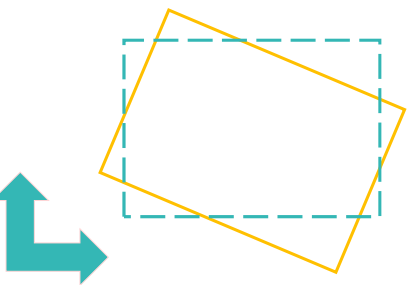
Configuration initiale
ROI et FOV superposés

Après rotation : la zone d'intérêt a quitté le champ de vue



Rotation compucentrique

Déplace l'échantillon pour le maintenir dans le champ de vue



CHORD : PROCÉDURE D'ACQUISITION



Implementation dans le programme d'acquisition

Paramètres d'acquisition

Images acquises

Correction compucentrique pour les images successives

acquiCHORD

Grab Live Stage to zero Rotation to zero Rotation to 360

Acquisition

rotation 360.0000

step 18.0000

control compucentric

shift / drift correction

method fft_cc

scanrate same as acquisition

Start Acquisition

Image List

- [180°] img_000080.tif
- [198°] img_000082.tif
- [216°] img_000084.tif
- [234°] img_000086.tif
- [252°] img_000088.tif
- [270°] img_000090.tif
- [288°] img_000092.tif
- [306°] img_000094.tif
- [324°] img_000096.tif
- [342°] img_000098.tif
- [360°] img_000100.tif

Joystick

Microscope

X - 20.770 mm X +

Y - 32.148 mm Y +

R - 360.000 ° R +

T - 15.000 ° T +

compucentric rotation

Top Stage

X - 0.000 mm X +

Y - 0.000 mm Y +

R - 0.000 ° R +

Beam

X - 0.000 mm X +

Y - 0.000 mm Y +

R - -360.000 ° R +

Résultat de la recherche automatique du centre

Log Messages

time	type	message
19 13:28:20	INFO	residual shift (fft_cc) : [-6.6e-07 -8.0e-07]
20 13:28:20	INFO	== step 5 rotate 90° ==
21 13:28:20	INFO	shift on marred acquisition (fft_cc) : [-1.25e-05 -4.68e-06]
22 13:28:20	INFO	compucentric: (-4.68, 12.5) in µm
23 13:28:21	INFO	residual shift (fft_cc) : [-7.6e-07 -6.8e-07]
24 13:28:21	INFO	== step 6 rotate 108° ==

FOV: 2.048×1.536 mm² 100 X FakeMicroscope FakeTopStage 0%

PyQT5 pour l'interface utilisateur

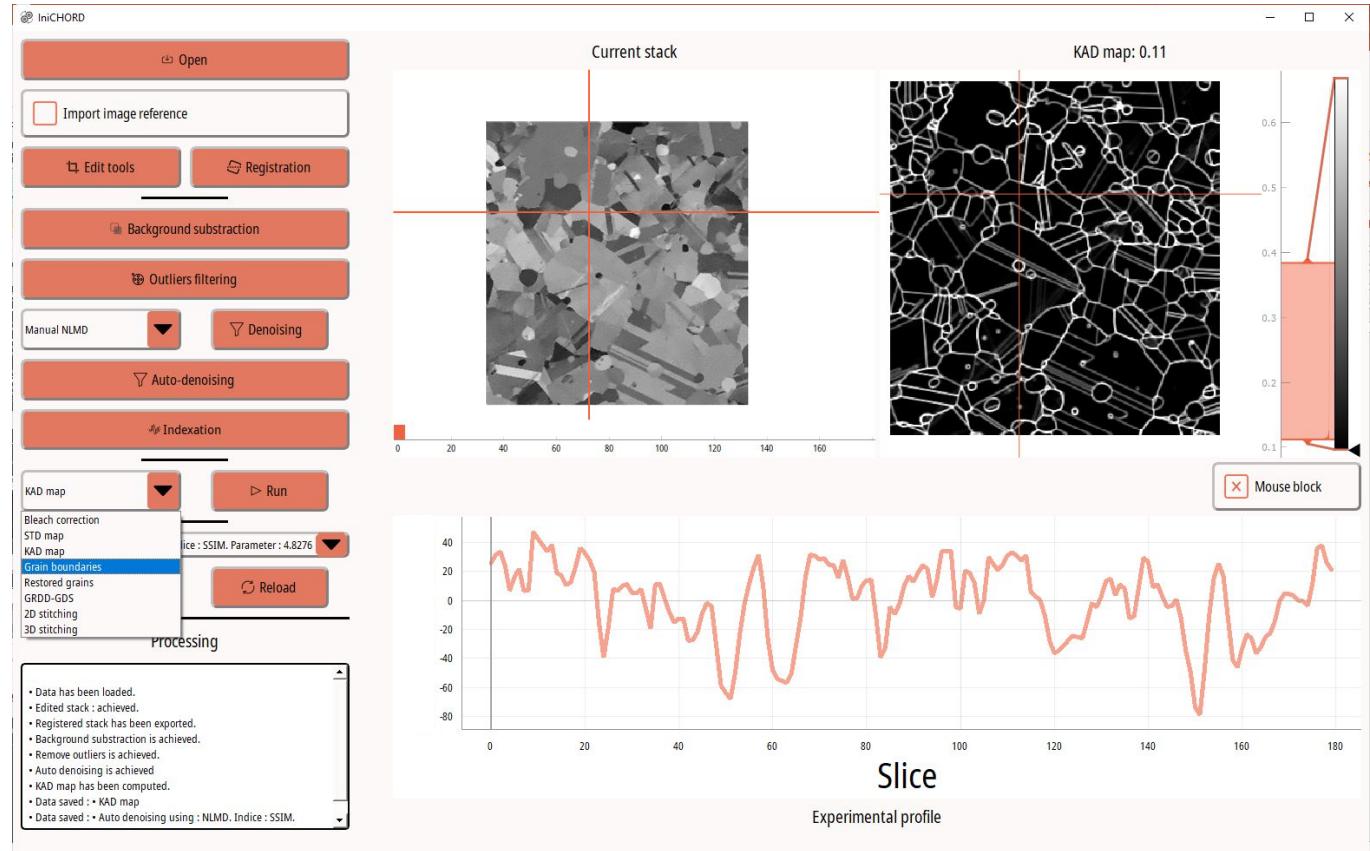
CHORD : POST-TRAITEMENTS

Librairies de traitement d'images de Python

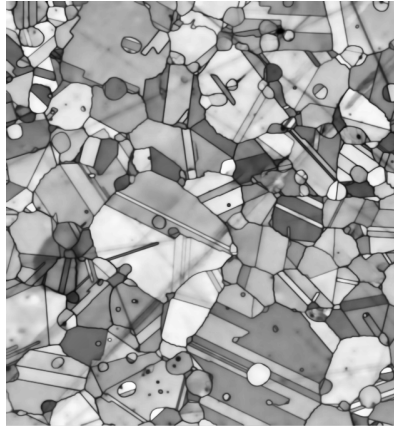
- Charger la série
- Editer la série d'images (crop, bin...)
- Alignement des images
- Débruitage semi-automatique

Traitements avancés

- Détection des joints de grains
- Cartographie d'orientations

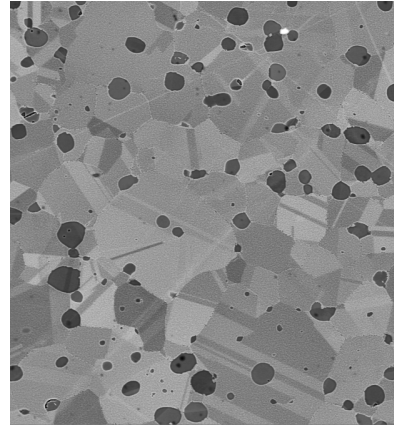


CHORD : POST-TRAITEMENTS



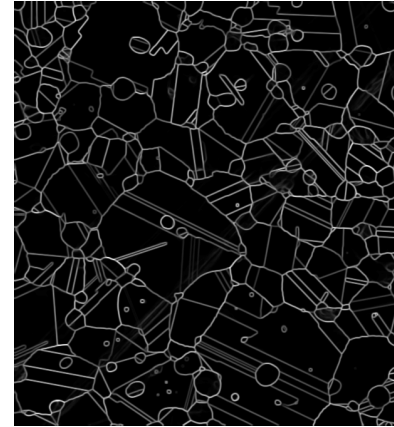
Profile Standard Deviation Map

- Dévoile des caractéristiques (grain boundaries, precipitates, scratches, dusts...)



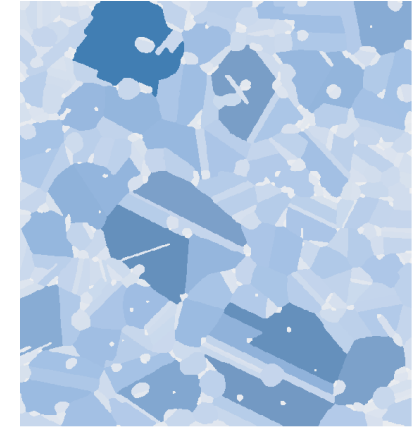
Profile Average Map

- allows discriminating phases through Z contrast



Kernel Average Distance Map (KAD)

- Equivalent to KAM using dot product between adjacent profiles instead of disorientation

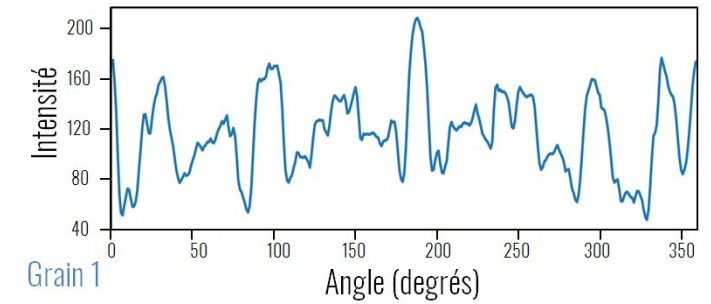
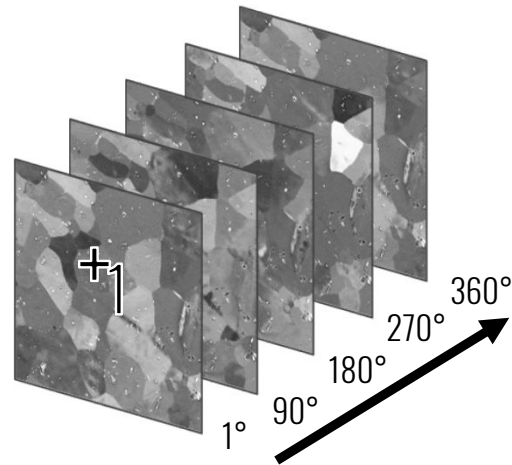
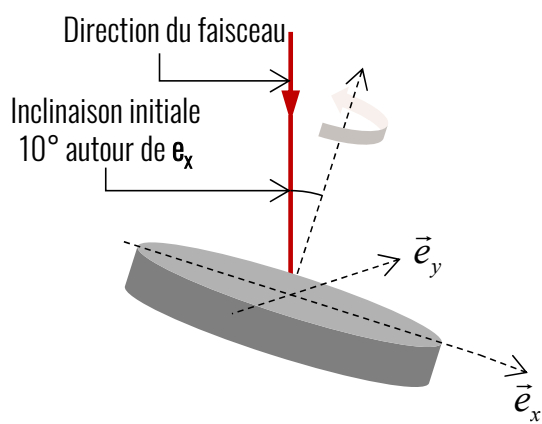


Grain segmentation from KAD or Contour maps

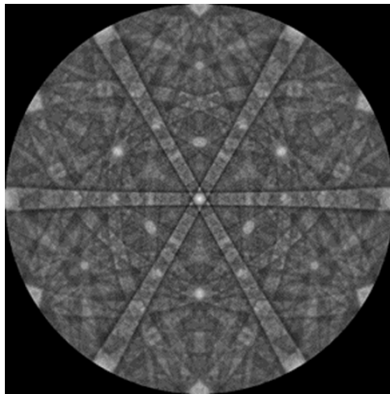
- grain labelling based on multi-level Otsu Thresholding
- Grain statistics computation



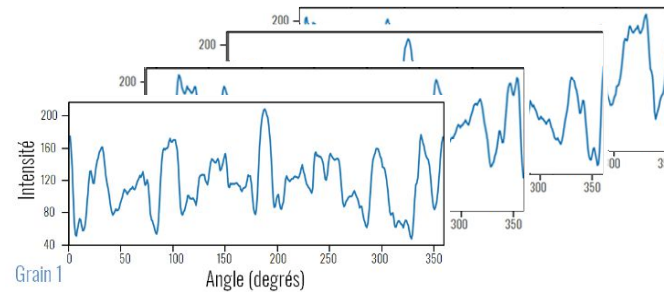
DES PROFILS D'INTENSITÉ À L'ORIENTATION



Profil d'intensité expérimental



Diffraction dynamique des électrons



Base de données de profils théoriques

Rauch, E. F. & Véron, M. (2014) Automated crystal orientation and phase mapping in TEM. *Materials Characterization* **98**, 1-9.

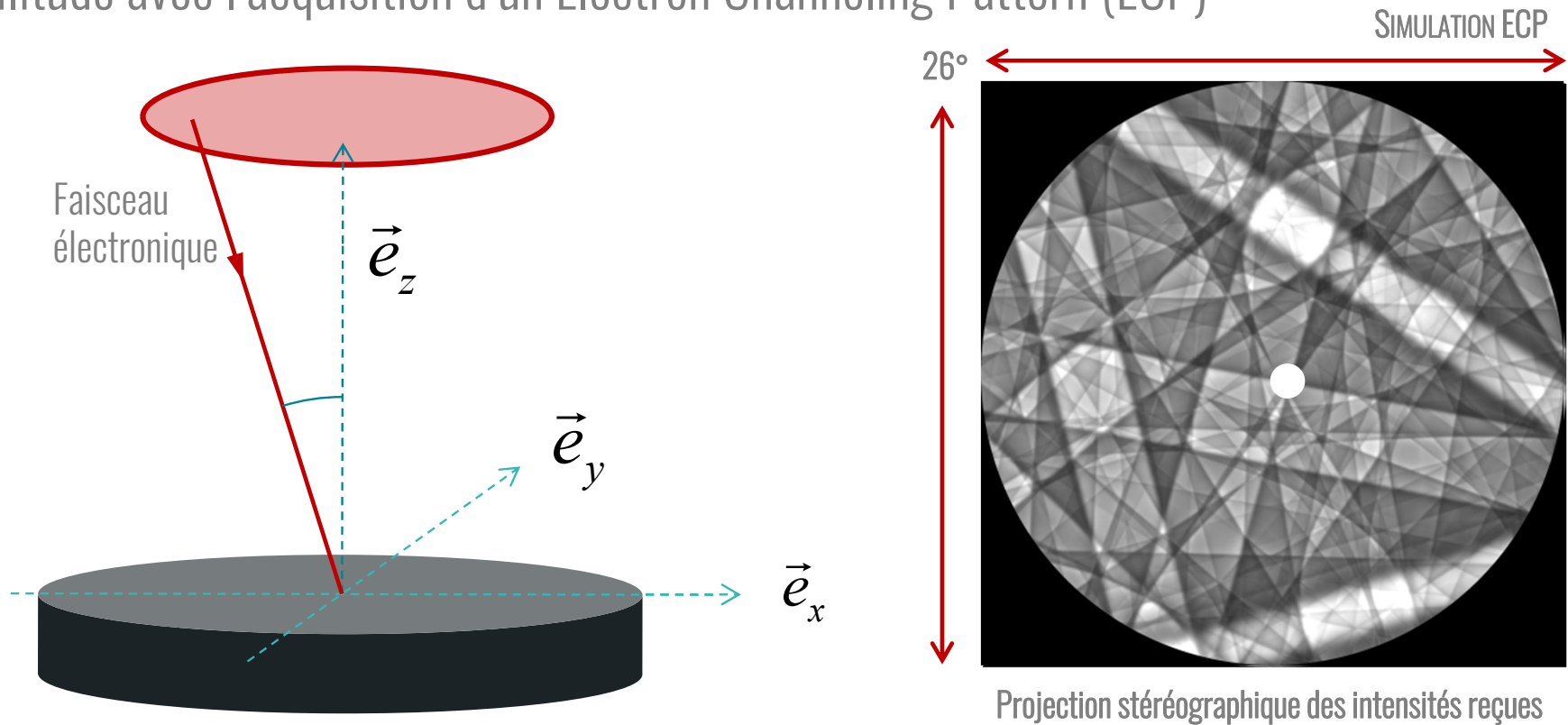
Singh, S., Ram, F., & De Graef, M. (2017) EMsoft: Open source software for electron diffraction/image simulations, *Microscopy and Microanalysis*, **23**(S1), 212-213.



ECHORD : GÉNÉRATION DES PROFILS THÉORIQUES



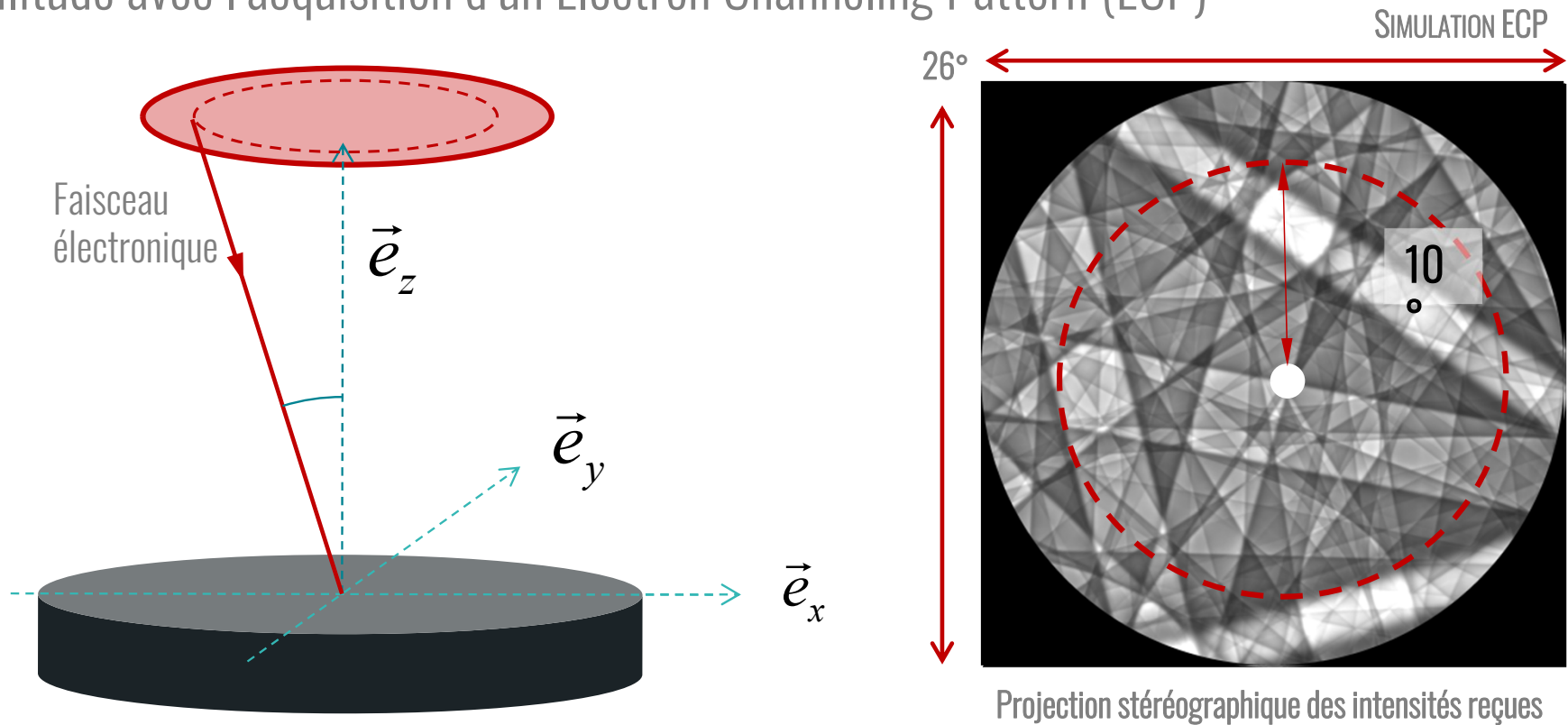
Similitude avec l'acquisition d'un Electron Channeling Pattern (ECP)



Singh, S., Ram, F., & De Graef, M. (2017) EMsoft: Open source software for electron diffraction/image simulations, *Microscopy and Microanalysis*, 23(S1), 212-213.

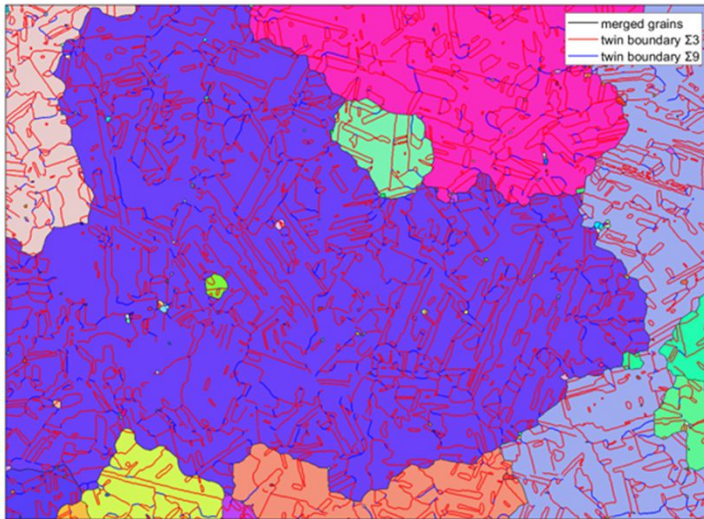
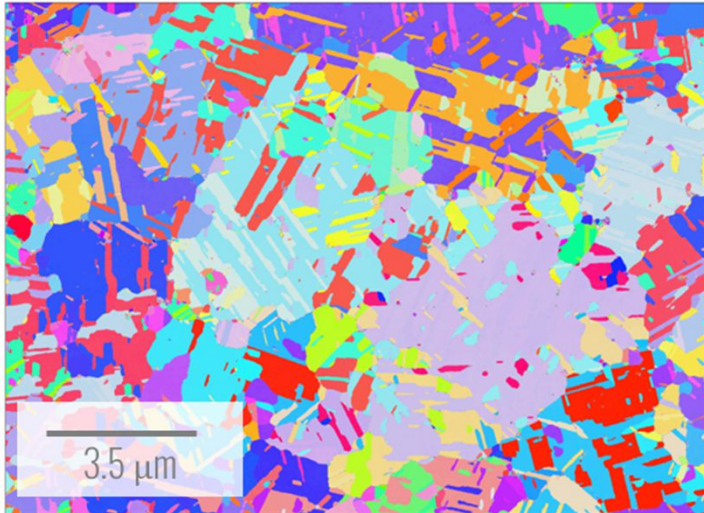
ECHORD : GÉNÉRATION DES PROFILS THÉORIQUES

Similitude avec l'acquisition d'un Electron Channeling Pattern (ECP)



C. Lafond, T. Douillard, S. Cazottes, P. Steyer, C. Langlois, [Electron Channeling Orientation Determination \(eCHORD\): An original approach to crystalline orientation mapping](#), *Ultramicroscopy*, 186 (2018) 146-149

EXEMPLES D'APPLICATIONS – MICROSTRUCTURE SUBMICRONIQUE



- Film Cu d'épaisseur 3 μm déposé sur wafer Si
(courtesy of ST μ company)
- Pixel size : 9.3 nm
- # pixels : ~3 millions
- Temps d'acquisition : 1 heure (180 images)
- 5kV – 15°



Exemple de traitement des données :

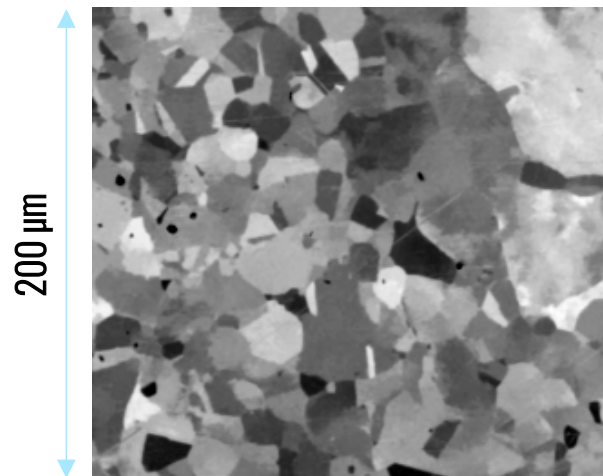
- Détermination des joints de macle
- Reconstruction de grains parents

EXEMPLES D'APPLICATIONS – DISCRIMINATION DE PHASES

Acier duplex

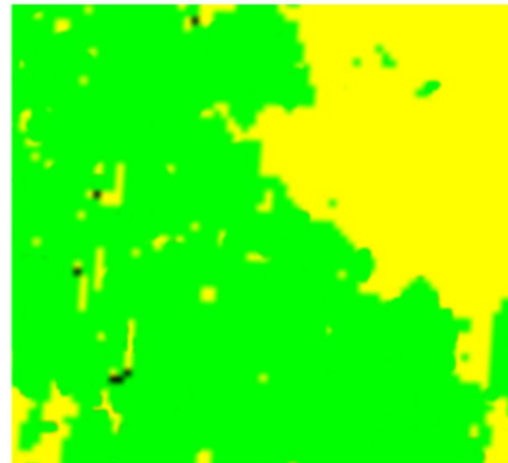
ferrite (cc) / austenite (cfc)

- structures cristallines CFC et CC
- numéros atomiques moyens proches

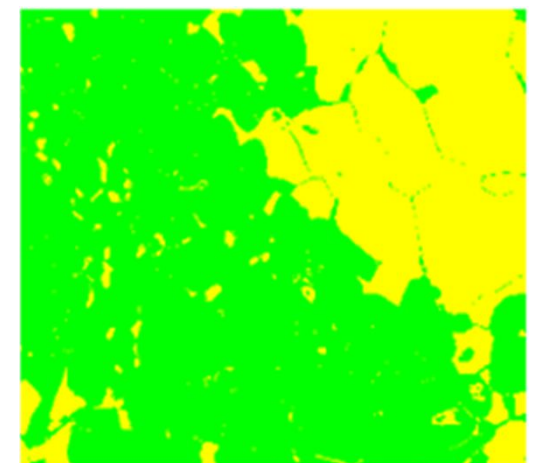


15 kV - 10°

EBSD



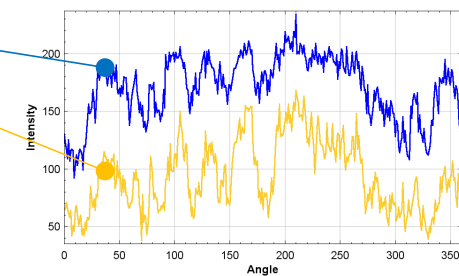
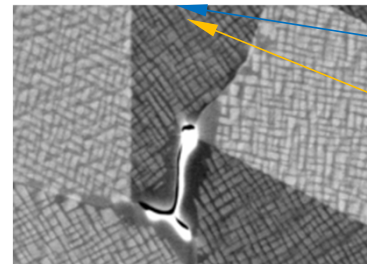
eCHORD



jaune : ferrite ; vert : austénite

Possibilité :
s'aider du contraste chimique

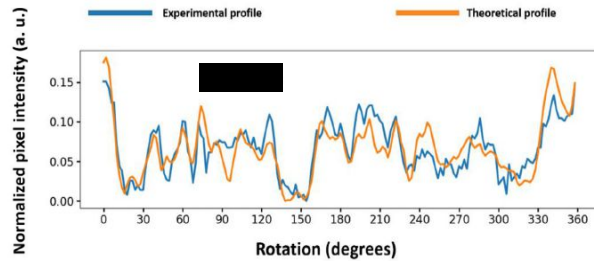
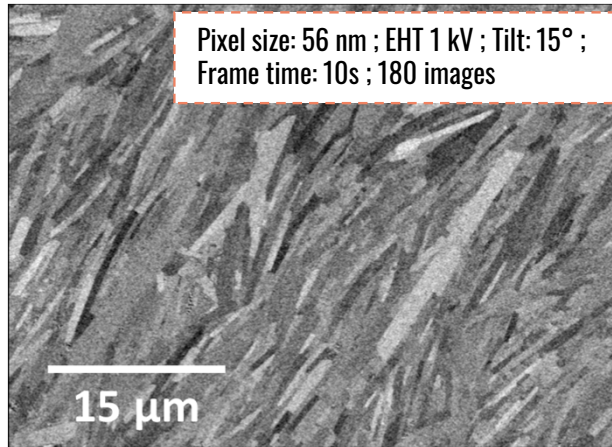
Superaliage base
cobalt



EXEMPLES D'APPLICATIONS – BASSE TENSION



Exemple : acquisition et indexation à 1kV (Alumine)



Materialia 20 (2021) 101207

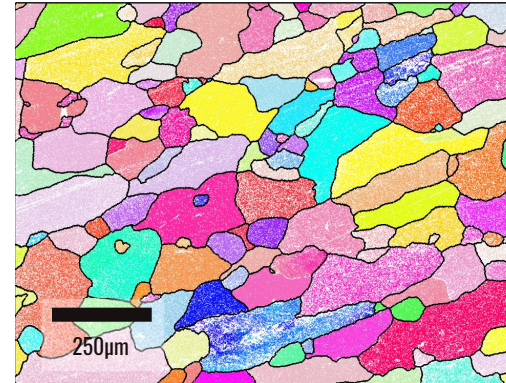


eCHORD orientation mapping of bio-inspired alumina down to 1 kV
C. Lafond^a, T. Douillard^a, H. Saad^b, S. Deville^{b,c}, S. Meille^a, Ph. Steyer^a, S. Cazottes^a,
C. Langlois^{b,c}

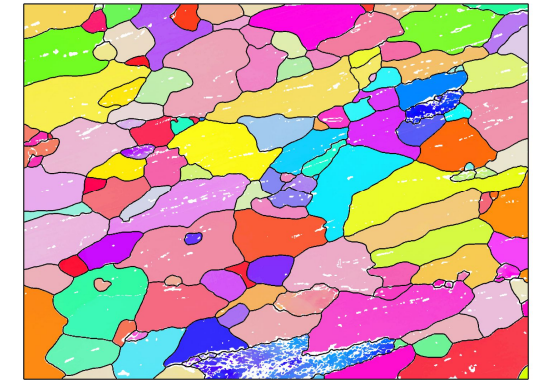


Example: indexation de l'aluminium à 5, 3, 2 kV

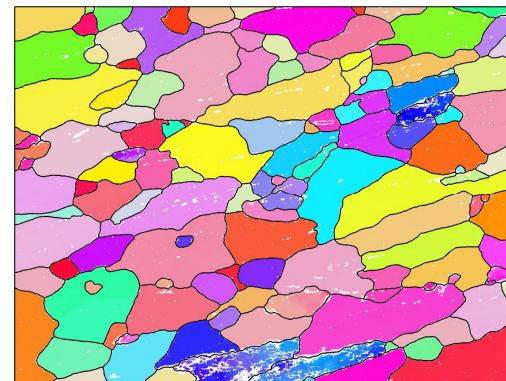
Ref EBSD – 10kV (IPF Z)



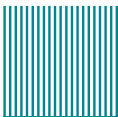
CHORD 5kV (IPF Z)



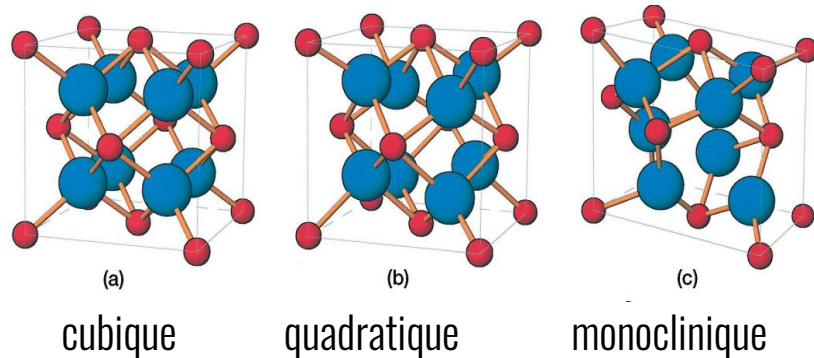
CHORD 3kV (IPF Z)



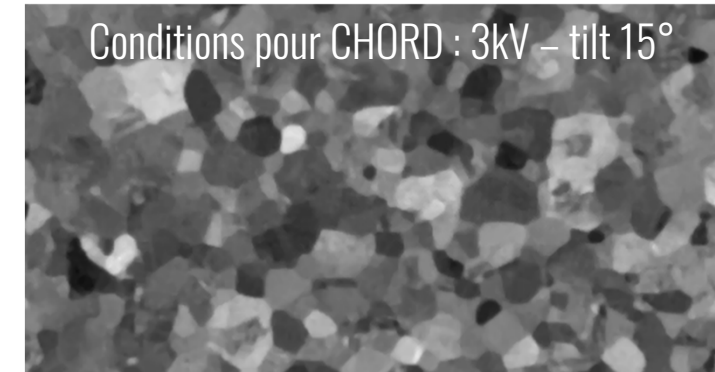
CHORD 2kV (IPF Z)



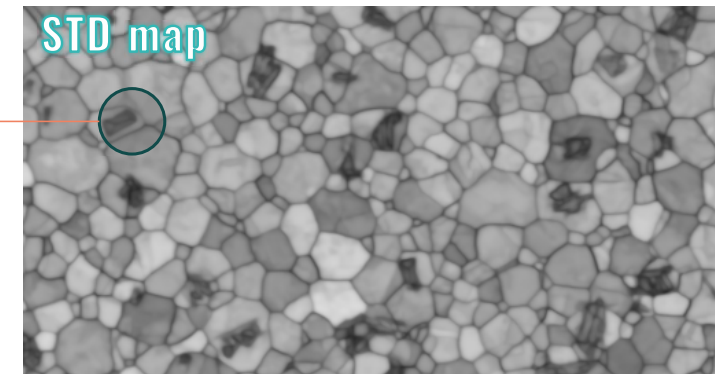
EXEMPLES D'APPLICATIONS – ZIRCONE 3Y-TZP



Hannink R. et al. - Transformation Toughening in Zirconia Containing Ceramics (2000)



8 μm



ZrO₂ monoclinique

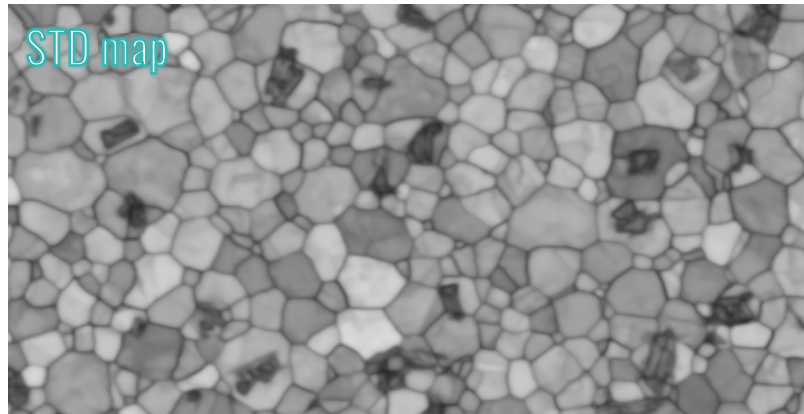
Problématique : étudier la microstructure pour les grains 300-400nm – EBSD impossible (charge)

Phases très proches !
cubique ($c / a = 1$) et quadratique ($c / a = 1.016$)

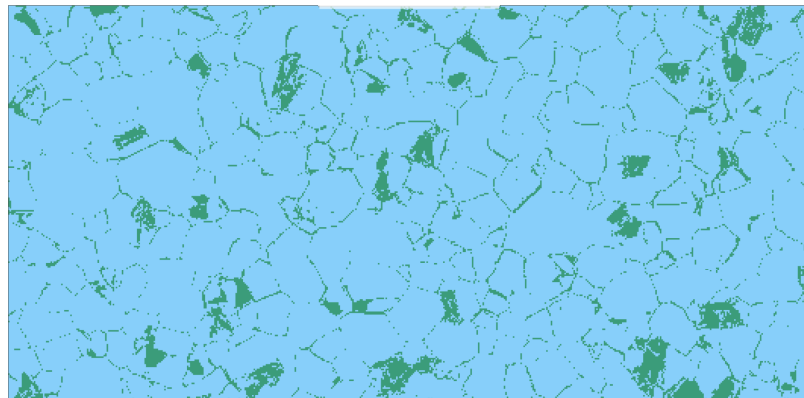
Normalement, 80% quadratique et 20% cubique



EXEMPLES D'APPLICATIONS – ZIRCON 3Y-TZP



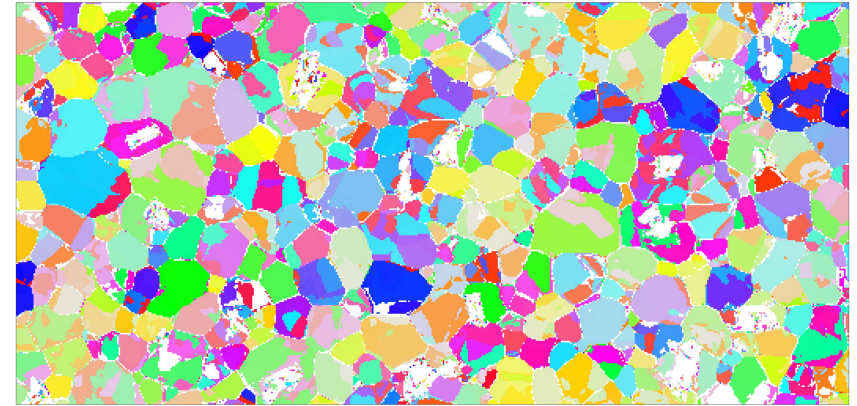
8 μm



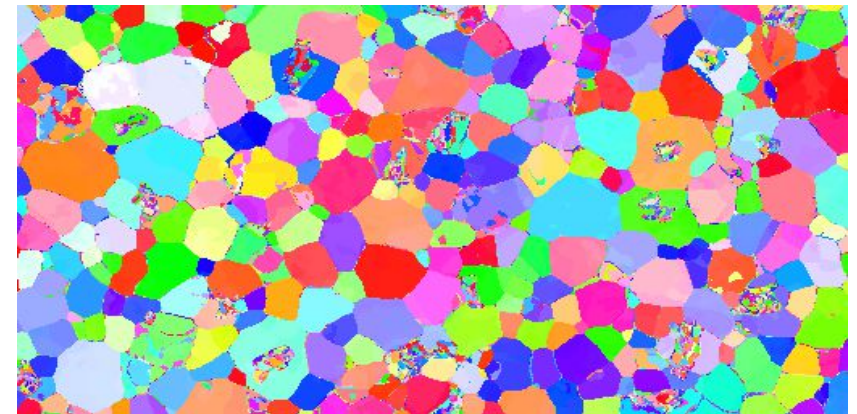
Phase quadratique

Phase monoclinique

Traitement des données d'orientation avec MTEX



Indexation quadratique



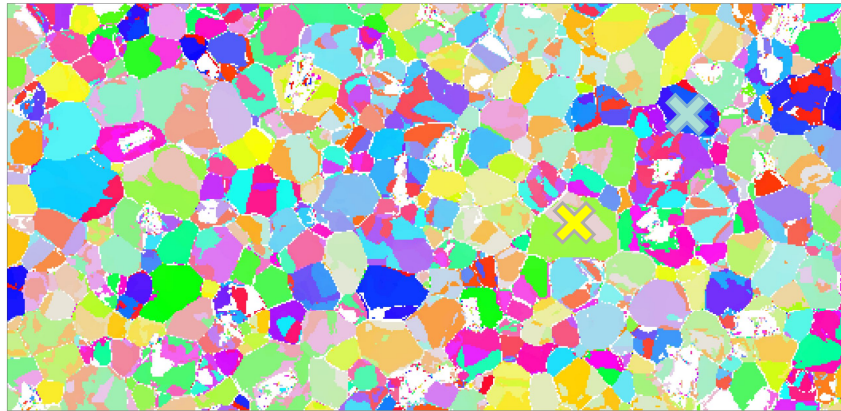
Indexation cubique



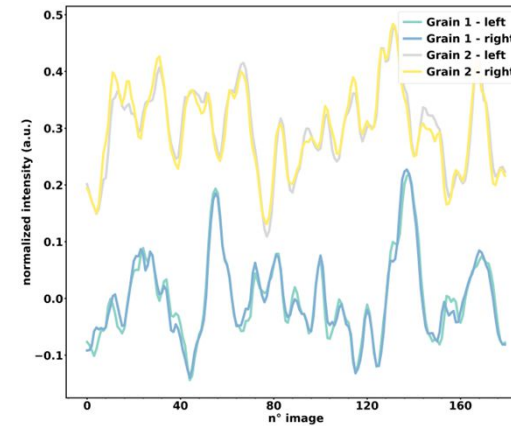
EXEMPLES D'APPLICATIONS – ZIRCON 3Y-TZP



Indexation en monoclinique + quadratique
Analyse plus détaillée



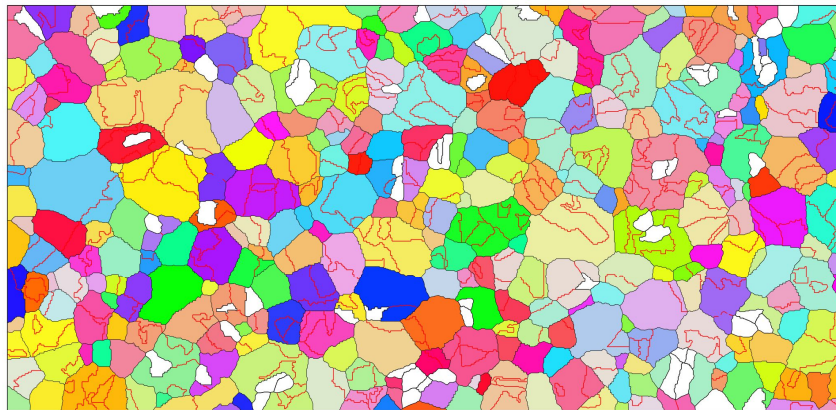
Sous-joints visibles en quadratique mais pas en cubique...



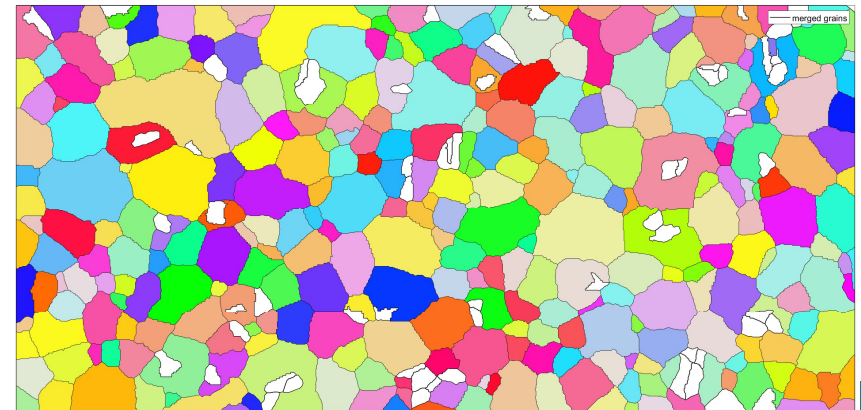
Profils d'intensité très proches de part et d'autre d'un sous-grain

- ➔ Conditions de diffraction proches
- ➔ Positions atomiques proches

MAIS : Désorientation de 90° systématique de part et d'autre des sous-grains



Rotation de 90° autour de $[110]$



Reconstruction de grains en ignorant ces joints de grains spéciaux :

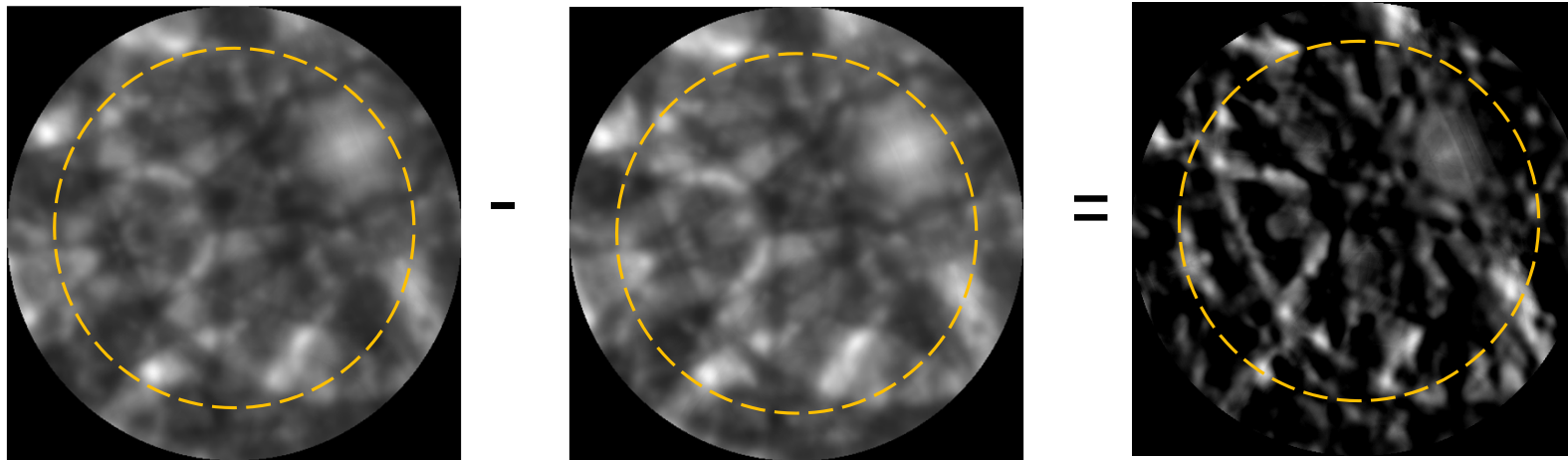
EXEMPLES D'APPLICATIONS – ZIRCON 3Y-TZP

Pourquoi les sous-joints ne se voient pas dans l'indexation cubique ?

90° [110] = opération de symétrie du cristal donc même orientation dans la zone fondamentale

Mais pas dans la phase quadratique ($c \neq a$) donc orientations différentes en quadratique

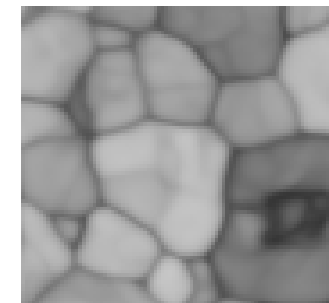
Phase quadratique : vérification de la proximité des profils pour une désorientation de 90° [110]



Profils proches
mais différents

Artefact d'indexation pur et simple comme en EBSD ?

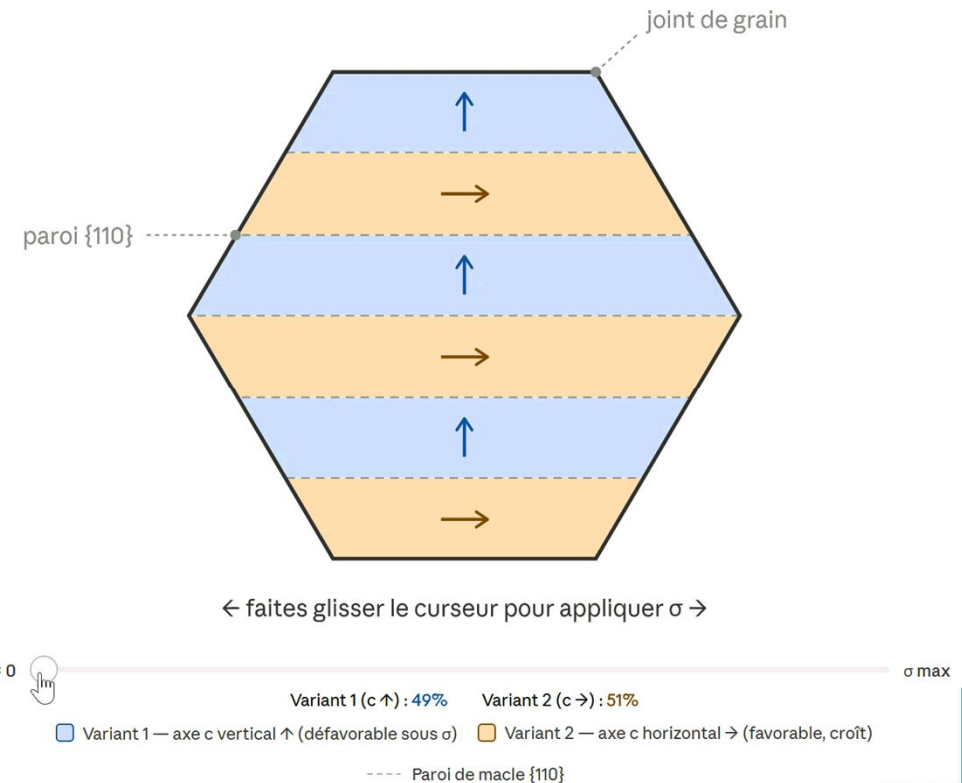
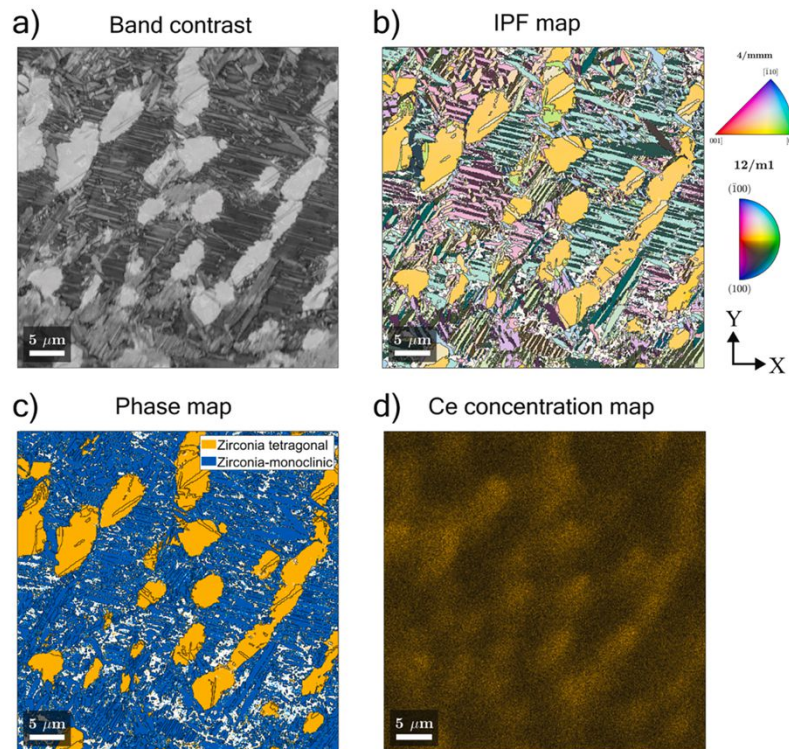
Non car sinon pas de contraste dans la cartographie STD !



EXEMPLES D'APPLICATIONS – ZIRCONE 3Y-TZP

Dans la littérature : observations EBSD de variants d'orientation 90° [110] dans la zircone 3Y-TZP

- taille de grains de quelques microns
- problèmes de pseudo-symétrie avec la transformée de Hough donc sauvegarde des clichés et simulation



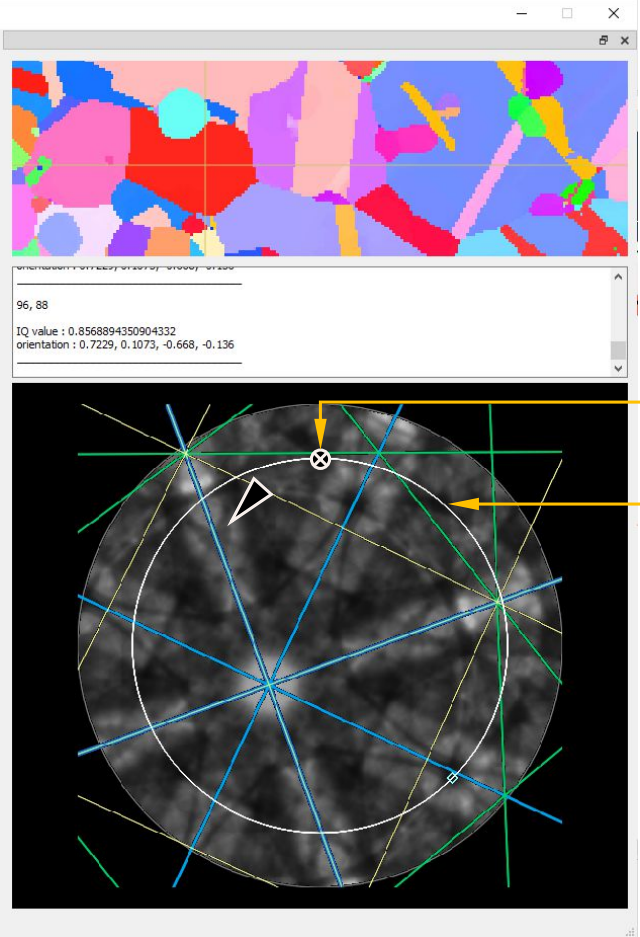
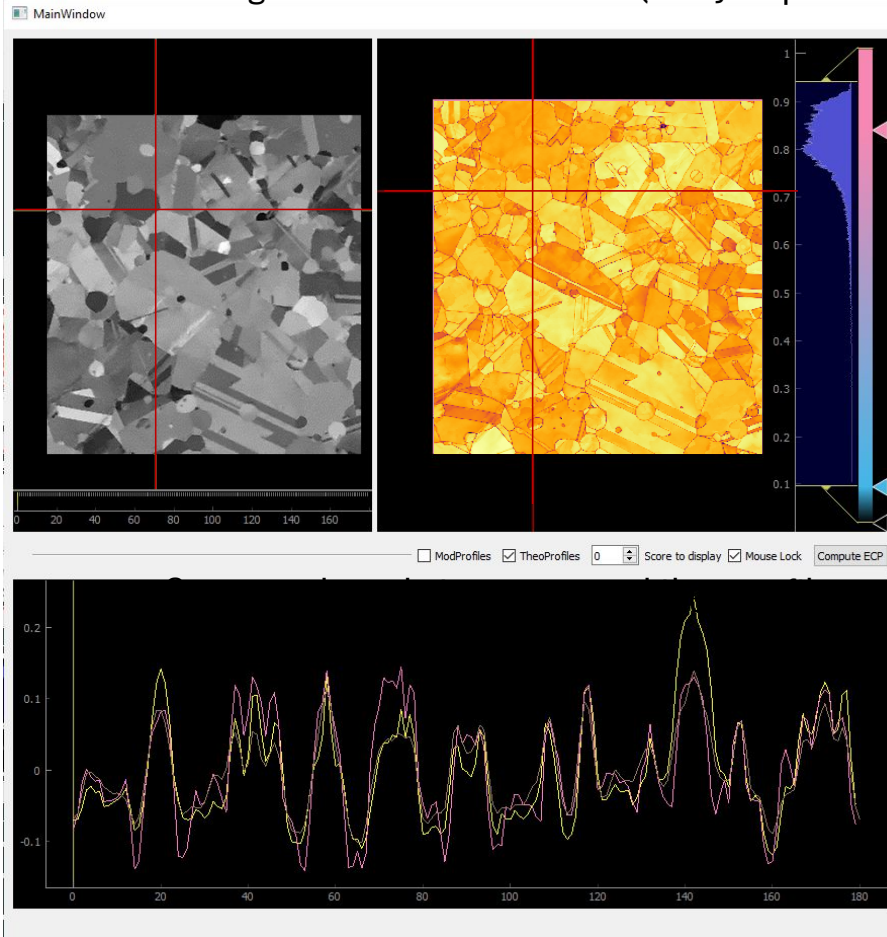
Slagter A., Schuh C.A. — "Crystallographic Correspondences and Variant Selection in Zirconia-Based Shape Memory Ceramics: Insights from EBSD Mapping" — *Acta Materialia*, 2025, Vol. 296, p. 121286

COUPLAGE ECCI / eCHORD



Image Series

Indexation Quality map



Inverse Pole Figure Z

Rotation starting point

Path of the electron beam

ECP (Electron Channeling Pattern)

eCHORD EN RÉSUMÉ



Pas de détecteur supplémentaire

→ implémentation possible sur tout MEB

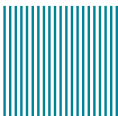
Géométrie d'acquisition simplifiée
(tilt $\sim 10^\circ$ vs 70° pour l'EBSD)

Acquisitions à basse tension

- volume d'interaction diminué
 - résolution spatiale améliorée
- échantillons isolants

Excellent compromis
vitesse d'acquisition /
résolution angulaire et
spatiale

CHORD



eCHORD EN RÉSUMÉ

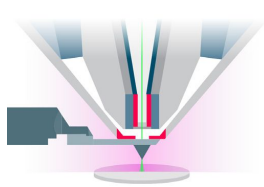




TRAJECTOIRE DU GROUPE « MICROSCOPIES »

Impact fort des équipements entrant dans notre environnement proche – **courant 2026**

MEB (MATEIS)

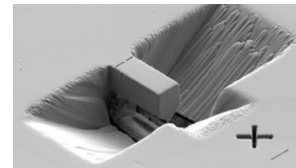


- performances accrues
- meilleure ergonomie
- très versatile

Platine d'essais micro-mécaniques dans le MEB

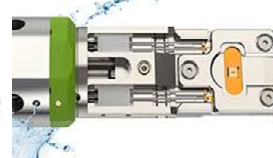


FIB (CLYM)

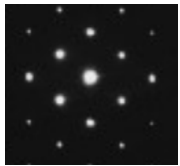
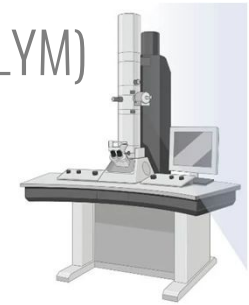


- platine cryo
- volume abrasé plus grand
- boîte à gants pour atmosphère inerte (batteries)

Porte-objet MET liquide -> 100°C + électro-chimie



MET (CLYM)



- cartographies d'orientations (ASTAR)

Platine d'essais nano-mécaniques -> 1000°C



Rôle transverse de l'équipe « MicroscopieS »

- En synergie avec les équipes :
 - faire émerger de nouveaux sujets

Nouvelles opportunités pour nos thématiques propres