



Struers
Ensuring Certainty

Application Notes

Les clichés EBSD sont produits lorsque le faisceau d'électrons frappe la surface de l'échantillon. La rétrodiffusion des électrons dans le matériau fait alors que les électrons se dispersent dans toutes les directions. Les

*Le détecteur EBSD Nordlys dans la chambre du MEB.
Avec l'aimable autorisation de Oxford Instruments plc.*

L'EBSO offre des informations absolues sur l'orientation des cristaux et permet l'identification des phases ainsi que la discrimination entre les

Difficultés de préparation

Spécifiques à l'utilisation du MEB:

La dimension des échantillons peut varier, mais est toutefois limitée par la capacité de la chambre du MEB.

Généralement, la dimension ne devra pas excéder 2 x 1 x 0,5 – 1,2 cm (l x p x h).

Le contact électrique n'est pas optimal.

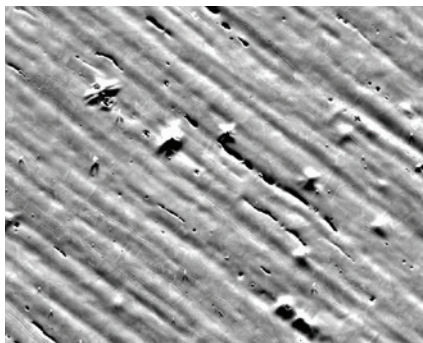
Chargement de l'enrobage.

Spécifique au processus de préparation métallographique:

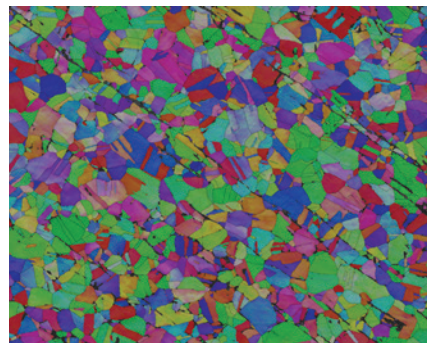
Déformation et relief excessif sur la surface de l'échantillon.

Nettoyage avant l'examen. Un nettoyage insuffisant ne permettra pas d'obtenir une cartographie EBSD de bonne qualité.

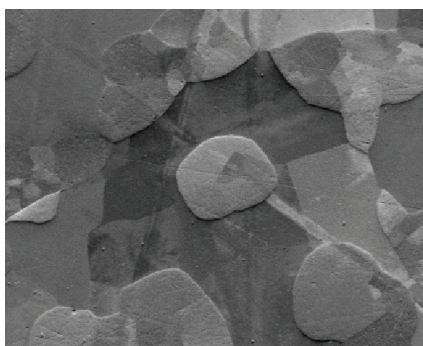
Protection des échantillons préparés contre les rayures et l'environnement.



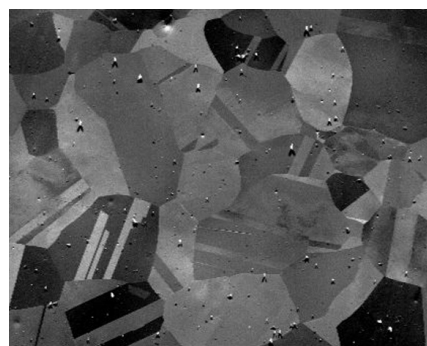
Rayures profondes dans l'acier inoxydable X5CrNi18-10. MEB, grossissement original 300x.



Cartographie EBSD d'un échantillon pas suffisamment préparé avant le polissage électrolytique. Les lignes noires sont des restes de déformations à la surface de l'échantillon. Coloration IPF⁵ (cartographie sous forme de figure de pôle inverse). Grossissement original 300x.



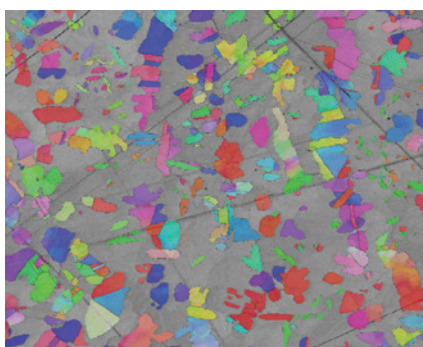
Rayures et déformations excessives dans de l'acier inoxydable duplex. MEB, grossissement original 1000x.



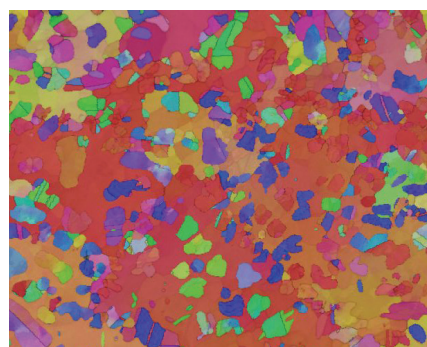
Les taches blanches visibles sont des taches de saletés sur la surface préparée. Une cartographie EBSD de bonne qualité de ces régions n'est pas possible. MEB, grossissement original 1000x.

Solution

- Choisir la meule de tronçonnage correcte pour obtenir un résultat adéquat en n'introduisant qu'un minimum de dommages structuraux.
- Assurer un enrobage ou une procédure de bridage appropriés.
- Choisir la méthode de préparation mécanique adéquate (en utilisant des surfaces de préparation à faible élasticité et des cycles de polissage courts).
- Utilisation du polissage électrolytique.
- Assurer un nettoyage et une protection soignés des surfaces préparées.



Cartographie EBSD d'un acier inoxydable duplex insuffisamment poli. Coloration IPF. Grossissement original 500x.



Cartographie EBSD du même acier inoxydable duplex correctement préparé. Coloration IPF. Grossissement original 500x.

Description des principes de travail EBSD

EBSD – la diffraction des électrons rétrodiffusés est une technique basée sur le MEB servant à mesurer les orientations des cristaux, et elle est (en théorie) applicable à tout matériau cristallin. L'EBSD permet d'obtenir l'orientation cristalline absolue avec une résolution submicronique et il s'agit également d'un outil utile pour distinguer les phases les unes des autres.

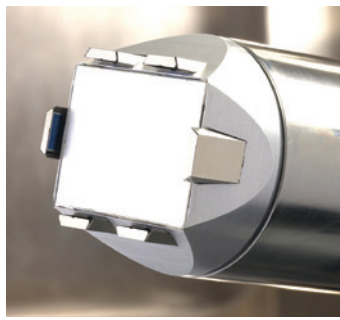
L'opération de l'EBSD met en œuvre un échantillon très poli fortement incliné (généralement 70°) par rapport au faisceau d'électrons incident. Avec des courants d'accélération de modérés à élevés du faisceau d'électrons (de 10 à 30 kV) et des courants de faisceau incident de 21 à 15 nA, le faisceau d'électrons est diffracté par le réseau cristallin de l'échantillon au point de faisceau incident sur la surface de l'échantillon. Un cliché de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSP) émane sphériquement dans toutes les directions à partir de ce point.

Le détecteur EBSD intersectera une portion de ce cliché par diffraction. Le détecteur est une caméra numérique encastrée dans un corps compatible au vide et rétractable. Le capteur CCD (Charge-Coupled Device, ou dispositif de transport de charge) de la caméra est éclairé par un écran phosphore qui intersecte le cliché de diffraction sphérique. Le phosphore convertit alors l'électron diffracté en lumière adéquate pour être enregistrée par la CCD. L'EBSP est analysé et est uniquement défini par les paramètres du réseau cristallin particulier se trouvant sous le faisceau et par son orientation dans l'espace. Les identités et orientations possibles du cristal sont appariées à l'EBSP jusqu'à ce qu'elles correspondent. Le cliché est alors considéré comme indexé.

Comme la vitesse de l'analyse du cliché a augmenté, il s'avère pratique de scanner le faisceau sur des points multiples de l'échantillon pour créer une cartographie d'orientation. Ceci est maintenant la méthode la plus commune d'examen microstructural par l'EBSD.

Recommandations pratiques lors de la mise en place de l'analyse EBSD:

Un grand nombre des problèmes rencontrés lors de l'acquisition des données EBSD sont dus à des difficultés lorsque les EBSP sont générées. Parfois, ces problèmes seront inévitables - par exemple, en raison de l'état de l'échantillon (préparation médiocre, échantillon extrêmement déformé, etc.). Souvent, les résultats peuvent être améliorés par une mise en place précautionneuse du détecteur EBSD et par une accentuation d'image.



L'extrémité (écran phosphore) du détecteur EBSD Nordlys. Avec l'aimable autorisation de Oxford Instruments plc.

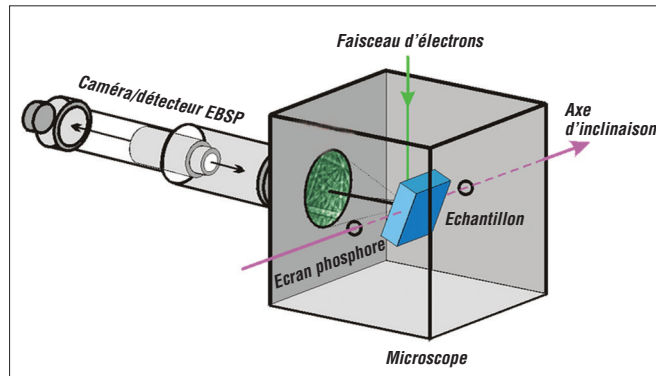


Diagramme schématique d'une installation typique pour l'analyse EBSD. Avec l'aimable autorisation de Oxford Instruments plc.

Bien que la dimension et la forme de la chambre du MEB et de la platine soient souvent limitées, des petites modifications dans la géométrie de l'échantillon au détecteur peuvent résulter dans des améliorations considérables de l'EBSP:

- Déplacer l'écran phosphore aussi près que possible de l'échantillon, mais toujours dans une limite sûre et confortable: le signal émis sera alors plus fort et l'angle d'acquisition plus grand.
- Ajuster la distance de travail afin que le signal le plus fort dans l'EBSP brut (non traité) soit au centre de l'écran phosphore.

Les conditions d'opération typiques de l'EBSD sont un courant de sonde de 1 à 15 nA avec une tension d'accélération de 15 à 30 kV. Cependant, les EBSP peuvent souvent être améliorés en s'éloignant de ces conditions de faisceau. Généralement, une augmentation du courant de sonde donnera un signal plus fort et donc de meilleurs EBSP.

- Pour les échantillons très déformés ou à grain très fin, le cliché pourra être amélioré en diminuant la taille du point du faisceau sur la surface – c'est à dire en diminuant le courant de sonde.
- Lorsque l'on travaille sur un échantillon revêtu, il peut parfois être une bonne idée d'augmenter la tension d'accélération à 25-30 kV pour pénétrer dans le revêtement.

Système d'observation d'électrons rétrodiffusés à faible angle de réflexion ou image du contraste cristallographique:

Le détecteur d'Oxford Instrument d'électrons rétrodiffusés à faible angle de réflexion (FSD, Forescatter Detector) a été conçu pour produire des images du contraste cristallographique pour un large choix de matériaux. Il utilise de multiples diodes au silicium placées autour de l'écran phosphore EBSD pour produire des images microstructurales. Dans le cas de certains matériaux, les diodes supérieures

produiront également un signal de contraste du numéro atomique. Toutes les images MEB dans cette Note d'application ont été acquises en utilisant le système d'observation d'électrons rétrodiffusés à faible angle de réflexion.

Ecran phosphore

La forme de l'écran phosphore sur le détecteur Nordlys correspond précisément à la forme du capteur CCD dans la caméra. Ceci signifie que tout le cliché de diffraction représenté sur l'écran phosphore est utilisé dans le logiciel d'indexation CHANNEL: cela augmente la fiabilité et la précision des données EBSD.

Chargement de l'enrobage

Lors de l'examen au MEB, une charge aura tendance à s'accumuler si l'échantillon n'est pas mis à la terre. Ceci peut être évité avec une résine d'enrobage conductrice adaptée au MEB telle que PolyFast. Pour les échantillons enrobés dans d'autres matériaux d'enrobage, une trace conductrice de l'échantillon au support est préparée en revêtant la surface d'or ou de carbone à l'aide d'un équipement de pulvérisation cathodique ou d'un ciment ou ruban conducteur.

Fixation de l'échantillon

Il faudra s'assurer que l'échantillon soit correctement fixé au support, par exemple en utilisant du ciment à l'argent afin d'éviter un résultat instable dû à un glissement de l'échantillon.

Difficultés de préparation



Fig. 1: La tronçonneuse universelle Secotom-10

La grande variation de taille, forme et propriétés physiques des échantillons de métaux ferreux à examiner à l'aide de l'EBSD peut nécessiter une approche différente des processus de préparation, par exemple, une préparation mécanique et/ou mécanique/électrolytique.

En conséquence, il est important, avant la préparation, de déterminer comment le processus devra être réalisé.

L'échantillon doit-il être tronçonné? Le tronçonnage de l'échantillon doit être effectué à la zone d'intérêt, dans l'orientation correcte et la meule de tronçonnage adéquate devra être choisie pour cette tâche.

L'échantillon a-t-il besoin d'être enrobé ou non? Un enrobage correct facilitera la manipulation et le processus de préparation mécanique; en revanche, il sera plus facile de réaliser un polissage électrolytique sur un échantillon non-enrobé.

Alors, une méthode de préparation mécanique ou mécanique/électrolytique adéquate devra être choisie pour obtenir un échantillon avec une déformation proche de zéro et un relief minimum. La préparation mécanique est habituellement satisfaisante mais demande du temps. Un polissage électrolytique, après un processus mécanique court, donnera un résultat rapide et un contraste plus élevé, et sera très utile pour les matériaux homogènes.

De plus, pour être capable de créer une cartographie EBSD de qualité optimale, il est important que les surfaces préparées soient très soigneusement nettoyées et aussi bien protégées jusqu'à ce que l'analyse puisse commencer.

Recommandations relatives à la préparation

Tronçonnage

La taille d'un échantillon a souvent besoin d'être réduite à une dimension adaptée à la chambre à vide du MEB utilisé.

La taille d'échantillon la plus communément utilisée est 2 x 1 x 0,5 – 1,2 cm (l x p x h).

La microstructure d'une pièce n'est pas forcément la même sur toute sa superficie. Il est donc important de décider préalablement où placer la coupe de façon optimale et de s'assurer également que l'orientation de l'échantillon soit préservée, par exemple le sens de laminage ou le sens transversal.

Une tronçonneuse abrasive sous eau est recommandée si l'on veut éviter une déformation profonde et les dommages thermiques, par exemple la Secotom-10 (fig.1). Les paramètres de tronçonnage corrects doivent être choisis, le principal étant la meule de tronçonnage. Une

meule de tronçonnage en Al_2O_3 choisie selon la dureté des métaux ferreux est adéquate pour le tronçonnage. Il s'agit habituellement d'une meule de tronçonnage de moyennement dure à tendre. Pour les métaux ferreux contenant une grosse quantité de carbures, une meule de tronçonnage CBN est recommandée.

Une fois tronçonnée, la pièce est rincée à l'eau, à l'éthanol puis séchée pour éviter toute corrosion.

Enrobage

Lorsque l'enrobage est nécessaire pour faciliter la manipulation lors de la préparation mécanique, une résine conductrice adaptée au MEB (sans charge) est choisie, par exemple le matériau d'enrobage à chaud PolyFast, contenant de la poudre de graphite. Afin d'assurer une bonne adhésion de la résine d'enrobage à l'échantillon, il est essentiel de dégraisser l'échantillon à l'alcool et de le sécher soigneusement et avec précaution à l'aide d'un séchoir. L'enrobage final devra être suffisamment haut pour pouvoir être utilisé dans la prépolisseuse/polisseuse automatique, mais d'une hauteur toutefois limitée pour pouvoir être logé dans la chambre du MEB. La taille recommandée est un diamètre de 25 ou 30 mm pour une hauteur entre 5 et 12 mm.

Conseils pratiques:

- Contrairement aux recommandations ordinaires relatives à l'enrobage (risque de fissuration de l'enrobage), l'échantillon doit être placé à proximité du bord de l'enrobage afin de minimiser la distance entre l'échantillon et le faisceau d'électrons dans la chambre du MEB.

- Les échantillons dépassant les 5 à 12 mm de hauteur peuvent être préparés, puis tronçonnés à la hauteur adéquate une fois la préparation métallographique accomplie. La surface préparée doit être protégée au cours du tronçonnage (Fig. 2).

- Si l'échantillon enrobé n'est pas assez haut pour la polisseuse automatique servant à la préparation mécanique, un échantillon factice pourra être collé au dos de l'échantillon enrobé à l'aide d'adhésif double-face facile à enlever par la suite (Fig. 3).

- Si des enrobages non-conducteurs doivent être préparés et examinés à l'EBS, il est nécessaire de les recouvrir de ruban adhésif conducteur, ou encore mieux d'un ciment conducteur, ou de les revêtir d'un produit conducteur à l'aide d'un pulvérisateur cathodique ou d'un évaporateur. La surface de l'échantillon devra alors être

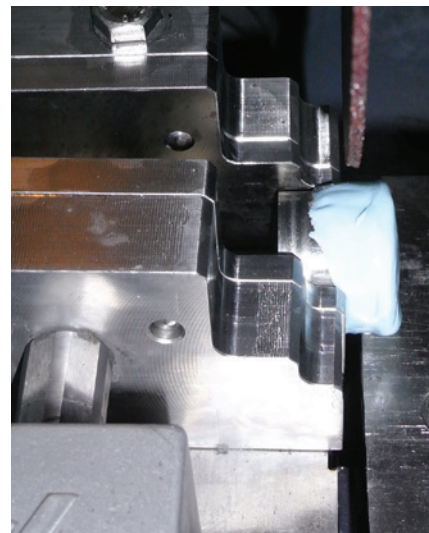


Fig. 2: Surface préparée d'un échantillon protégé avec RepliFix avant le tronçonnage.

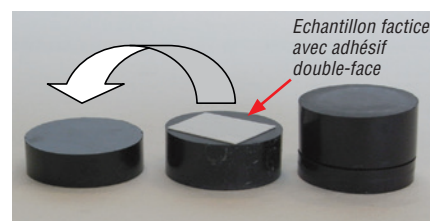
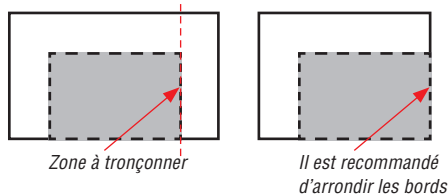


Fig. 3: Un échantillon factice est fixé à l'aide d'un adhésif double-face au dos de l'échantillon qui n'est pas assez haut pour être préparé automatiquement en utilisant une plaque porte-échantillons pour échantillons individuels.

masquée, car les meilleurs résultats sont obtenus sur une surface nue. Comme beaucoup de rubans métalliques adhésifs ont un adhésif non-conducteur, l'utilisation de ciment de carbone/argent conducteur peut s'avérer nécessaire aux joints/angles.

- Si un échantillon enrobé dans PolyFast ou dans des résines d'enrobage non-conductrices, doit être préparé électrolytiquement, une bonne connexion électrique entre la surface à préparer et l'anode de l'unité de polissage est nécessaire.



Il y a différentes façons de parvenir à cela:

- En cassant l'enrobage. Cette solution n'est pas optimale, car la surface préparée peut ainsi être endommagée.
- En utilisant du ciment à l'argent. Cette solution n'est pas optimale, car de la chaleur est générée à la surface du ciment à l'argent.
- En tronçonnant une partie de l'enrobage pour rendre l'échantillon accessible. Le ciment à l'argent, le ruban conducteur ou la feuille d'un matériau conducteur peuvent être utilisés pour assurer la connexion électrique. Un tel échantillon peut être préparé sur un équipement de préparation automatique avant le polissage électrolytique. Il est alors recommandé d'arrondir les bords tronçonnés pour éviter l'usure excessive des draps de polissage (voir les dessins ci-dessus).

Manipulation des échantillons non-enrobés

Les échantillons cylindriques non-enrobés de 25 ou 30 mm de diam. sont faciles à manipuler. Si leur hauteur n'est pas suffisante, un échantillon factice peut être collé sur l'échantillon comme déjà mentionné plus haut (fig. 3). Pour les échantillons petits et de forme irrégulière, un porte-échantillons personnalisé (fig. 4)

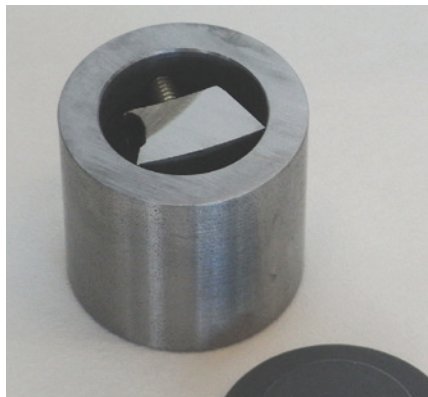


Fig. 4: Echantillon petit, de forme irrégulière, bridé dans un porte-échantillons.

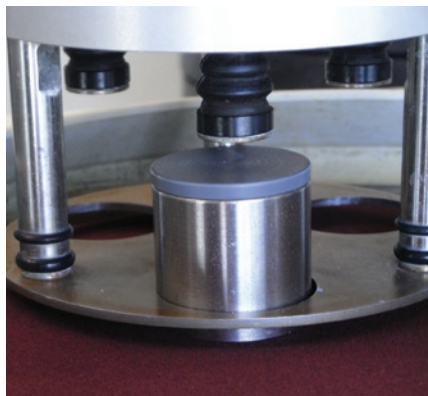
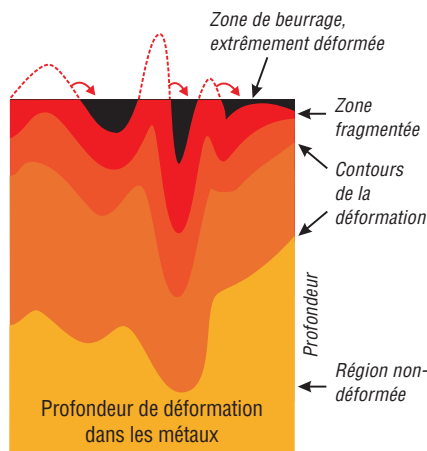


Fig. 5: Porte-échantillons avec échantillon prêt pour le polissage.



est très utile. L'échantillon peut être bridé et préparé dans son porte-échantillons. Le sabot de pression de la prépolisseuse/polisseuse appliquera la force nécessaire par la partie supérieure (fig. 5).

Les échantillons non-enrobés et les échantillons bridés dans de tels porte-échantillons sont plus faciles à polir électrolytiquement, car la connexion électrique est meilleure lorsqu'il y a un contact direct avec le métal ferreux.

Prépolissage et polissage

Différents processus métallographiques peuvent être choisis pour la préparation des métaux ferreux pour l'analyse EBSD : processus mécanique ou mécanique/électrolytique. Des résultats satisfaisants pour les métaux ferreux sont obtenus à l'aide de procédures de préparation conventionnelles, mécaniques ou électrolytiques. Cependant, un meilleur contraste de la matrice d'acier est obtenu par un polissage électrolytique.

La profondeur de déformation à partir d'une surface tronçonnée de métaux ferreux se mesure en micromètres. Selon la dureté du métal, la profondeur est autour de 100 à 300 µm. Il faut enlever suffisamment de matière au cours du prépolissage et du polissage, sans introduire de nouvelle déformation. Une préparation mécanique suivie d'un polissage électrolytique est le processus de préparation le plus efficace pour les matériaux homogènes.

Préparation mécanique

Pour l'analyse EBSD des métaux ferreux, l'utilisation du papier SiC est recommandée pour le prépolissage plan quelle que soit la dureté de l'échantillon. De plus, les granulométries de papiers SiC très grossières et les pressions élevées sont à éviter, car elles peuvent introduire une déformation profonde. En règle générale, il est préférable d'utiliser une taille de grain abrasif la plus fine possible pour le prépolissage plan, selon la surface de l'échantillon. Le prépolissage fin est réalisé aux diamants sur un disque rigide

pour une planéité maximum, suivi d'un polissage diamanté soigneux sur drap moyennement doux et avec une force faible.

Le polissage final est réalisé à la silice colloïdale (OP-S/ OP-U) ou à l'alumine (OP-AA). Le cycle de polissage final devra être prolongé jusqu'à l'obtention d'un résultat satisfaisant. Il faut noter que toute déformation provenant de la première étape de prépolissage, qui n'a pas été éliminée par le prépolissage fin, laissera des traces qui ne pourront pas être éliminées par le polissage final.

Tous les métaux ferreux différents présentés dans cet article ont été inspectés à l'aide de l'EBSD, directement après le polissage mécanique ou électrolytique:

Acier C45

Acier inoxydable (X5CrNi18-10)

Acier à outils (9CrWMn)

Fonte nodulaire (GGG60)

Acier inoxydable duplex

Généralement, les métaux ferreux préparés dans un but métallographique nécessitent un contraste de la structure pour une observation au microscope optique. Ce contraste est principalement obtenu en créant un relief entre différents éléments structuraux de l'échantillon par une attaque chimique ou par la formation de couches sur la surface de différentes épaisseurs. Parfois, l'attaque est aussi utilisée pour l'analyse EBSD, mais très souvent le contraste obtenu est alors trop élevé et cause des problèmes de zones d'ombres et les couches d'oxyde peuvent complètement annihiler la diffraction.

Fig. 6: Système de prépolissage et polissage de taille moyenne automatique TegraPol-25/TegraForce-5 et TegraDoser-5.



Etape	PG	FG	DP 1		DP 2	OP
Support	Foil/Paper 320	MD-Largo	MD-Dur		MD-Nap	MD-Chem
Abrasif	Type	SiC	Diamond		Diamond	Collodial Silica
	Taille	#320	9 µm		3 µm	1 µm
Suspension / Lubrifiant	Eau	DiaPro Allegro/Largo 9	DiaPro Dur 3		DiaPro Nap B 1	OP-S NonDry
t/m	300	150	150		150	150
Force (N)	30	30	30	15	10	10
Temps (min)	1	5-10	5	5	5	1-5

Ces techniques de contraste ne sont donc pas adéquates pour l'analyse EBSD des métaux ferreux.

Seules des pièces d'un matériau peu nombreuses et petites sont généralement disponibles pour l'analyse EBSD. Un système de préparation automatique d'une petite à moyenne taille est donc suffisant comme illustré à la figure 6. Les méthodes de préparation mécanique sont décrites dans cette Note d'application pour

un échantillon individuel de 30 mm de diam. sur un système de préparation automatique avec des disques de prépolissage et polissage de 200 mm de diam.

Une préparation encore plus délicate peut être réalisée sur LaboPol-4 (12-120 t/m) / Labo-Force-1 (8 t/m) grâce à leurs vitesses de rotation faibles. Ceci signifie également que le temps imparti à chaque étape de préparation devra être augmenté.

Méthode de préparation mécanique de base pour les métaux ferreux

Cette méthode de préparation est la méthode de base pour la préparation mécanique des métaux ferreux en vue de l'analyse EBSD.

Noter:

- Comme alternative à DiaPro, la suspension diamantée polycristalline P, 9 µm, 3 µm et 1 µm peut être utilisée avec du lubrifiant bleu.
- DP 1 est réalisée deux fois pendant 5 min avec différentes forces.

Les aciers constitués de ferrite et cémentite

Le processus intégral est adéquat pour les aciers constitués de ferrite et cémentite en proportions variées. Le résultat obtenu avec un acier à moyenne teneur en carbone (acier C45) est illustré aux fig. 7 à 10.



Fig. 7: Acier C45 attaqué au Nital 3%. La phase blanche est de la ferrite et le reste de la perlite. Microscope optique. BF, grossissement original 200x.

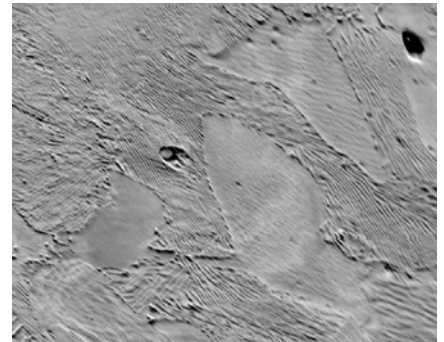


Fig. 8: Image d'un acier C45 par diffraction d'électron à faible angle de réflexion. MEB, grossissement original 2000x.

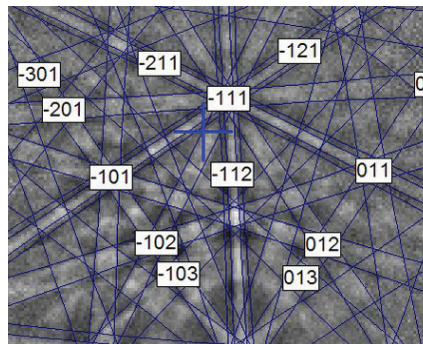


Fig. 9: Cliché EBSD de ferrite (structure cubique centrée) dans un acier C45, indexé.

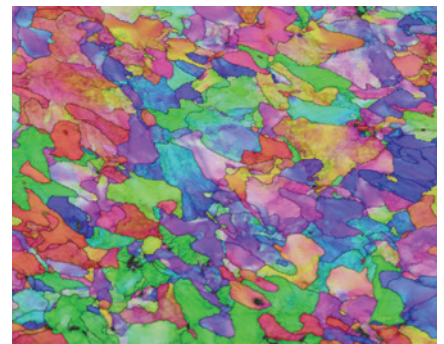


Fig. 10: Cartographie EBSD d'un acier C45 utilisant la coloration IPF. Pour l'examen de la taille de grain et de l'orientation des grains. Grossissement original 500x.

Fig. 16: Les échantillons préparés sont conservés dans un dessiccateur

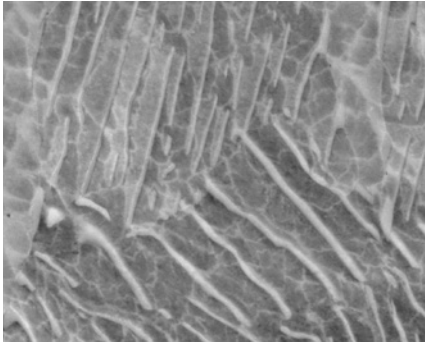


Fig. 11: Perlite (ferrite et cémentite) dans de l'acier C45, MEB, grossissement original 20000x.

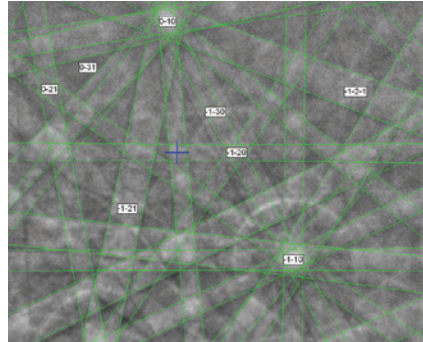


Fig. 12: Cliché EBSD de Fe3C dans de l'acier C45 indexé.

Les constituants de la perlite (ferrite et cémentite) peuvent aussi être visualisés par la technique EBSD à un grossissement beaucoup plus élevé, par exemple 20 000 fois. Voir les fig. 11 et 12.

Aciers fortement alliés

La préparation mécanique de base, à l'exception de l'étape de polissage à 1 μm , est aussi appropriée pour la préparation des aciers fortement alliés n'ayant qu'une structure austénitique.

Voir le résultat obtenu avec un acier inoxydable X5CrNi18-10 (fig. 13-15) ou avec une combinaison d'une structure ferritique et austénitique. Voir le résultat obtenu avec l'acier inoxydable duplex (fig. 25-30).

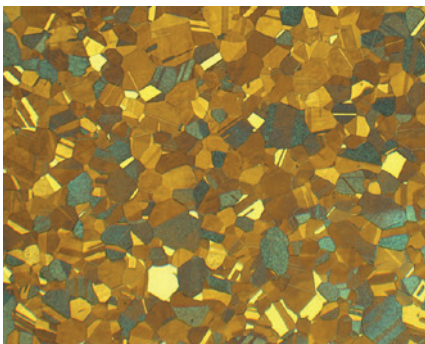


Fig. 13: Austénite dans un acier inoxydable X5CrNi18-10, attaqué selon Beraha II. Microscope optique. Grossissement original 200x.

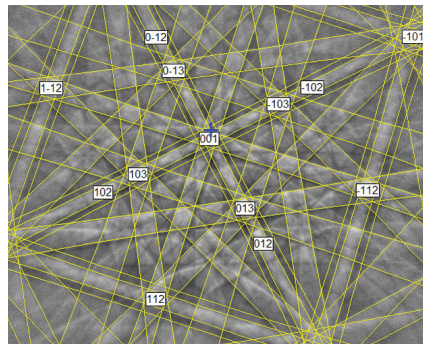


Fig. 14: Cliché EPSP d'austénite (cfc) de l'acier inoxydable X5CrNi18-10, indexé.

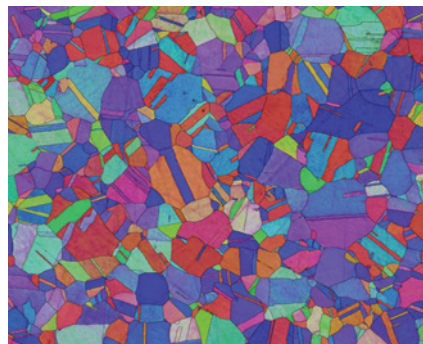


Fig. 15: Cartographie EBSD de l'acier inoxydable X5CrNi18-10 utilisant la coloration IPF. Pour l'examen de la taille de grain et l'orientation des grains. Grossissement original 200x.

Nettoyage

De bonnes routines de nettoyage sont essentielles pour obtenir un résultat de préparation optimal. Nettoyer entre les étapes de préparation individuelles permet de garder les supports de préparation exempts de toute contamination croisée non-désirée avec les particules abrasives plus grossières provenant des étapes de préparation préalables.

Après l'étape de prépolissage plan sur papier SiC, les échantillons individuels et la plaque porte-échantillons sont rincés à l'eau, puis séchés avec de l'air comprimé propre.

Au cours du prépolissage fin et des étapes de polissage diamanté, les diamants sont ajoutés au support de prépolissage/polissage, ce qui laisse un dépôt noir de matière abrasée sur les échantillons individuels et sur la plaque porte-échantillons. Pour nettoyer, les échantillons individuels sont vaporisés par un détergent neutre, rincés à grande eau et à l'éthanol, puis séchés à l'air comprimé.

Après le polissage final à la silice colloïdale ou à l'alumine, laisser l'eau couler sur le drap de polissage pendant 10 à 20 secondes pour le rinçage des échantillons et du drap.

Puis, nettoyer immédiatement les échantillons individuels avec le détergent neutre, en passant avec précaution le pouce sur la surface préparée, les rincer précautionneusement avec de l'eau, les vaporiser à l'éthanol et les sécher par un courant d'air chaud puissant. Après chaque étape de préparation, la plaque porte-échantillons est retirée de la machine et est à son tour nettoyée.

Les échantillons ne devront, en aucun cas, être laissés avec de l'eau stagnant sur la surface, particulièrement après la dernière étape de polissage. Cela pourrait laisser des traces, provoquer une décoloration et créer de la corrosion pouvant affecter la qualité de l'analyse subséquente.

Si l'analyse EBSD ne peut pas être réalisée immédiatement après la préparation d'un échantillon, la surface préparée devra être protégée pour éviter toute altération de la surface (poussière ou salissure sur la surface, rayures, formation de couches d'oxyde, humidité). Pour cela, il suffira de vaporiser une couche de laque protectrice (Struers Protecting lacquer) qui s'enlève à l'acétone ou bien de conserver l'échantillon préparé dans un dessiccateur (fig. 16).

Autres métaux ferreux

Les trois premières étapes de préparation de la méthode de préparation de base décrite plus haut sont identiques pour tous les métaux ferreux. Seuls des petits changements ont été apportés aux étapes de polissage fin pour améliorer la qualité des cartographies EBSD de certaines applications spécifiques.

Aciers trempés

La distorsion du réseau de martensite rend difficile l'obtention d'EBSD de bonne qualité. De bons résultats sont obtenus sur les aciers trempés au carbone et faiblement alliés contenant des

quantités variées de martensite, par une longue étape de polissage fin diamanté. L'alumine (OP-AA) est recommandée pour le polissage final pour obtenir un bon résultat final avec un relief minimum. Le résultat obtenu pour un acier à outils (9CrWMn) est illustré aux fig.17-20.

Noter:

Les particules de seconde phase et les inclusions qui existent dans les aciers peuvent également être distinguées à l'aide de l'EBSD, cela va dépendre de leur taille et de leur nature. Certains exemples de particules trouvées dans les aciers grâce à l'EBSD incluent les carbures de fer, les carbures de bore, les carbures de silicium, les carbures de chrome, les carbonitrures de titane, le sulfure de manganèse, les oxydes de fer.

Aciers trempés							
Etape	PG	FG	DP 1		DP 2	DP 3	OP
Support	Foil/Paper	MD-Largo	MD-Dur		MD-Nap	MD-Nap	MD-Chem
Abrasif	Type	SiC	Diamond		Diamond	Diamond	Alumina
	Taille	#320	9 µm		1 µm	¼ µm	
Suspension / Lubrifiant	Eau	DiaPro Allegro/Largo 9	DiaPro Dur 3		DiaPro Nap B 1	DiaPro Nap ¼	OP-A
t/m	300	150	150		150	150	150
Force (N)	30	30	30	15	10	10	10
Temps (min)	1	5-10	5	5	5	5	5

Noter: - Comme alternative à DiaPro, la suspension diamantée polycristalline P, 9 µm, 3 µm et 1 µm peut être utilisée avec le lubrifiant bleu.
- DP 1 est réalisé deux fois pendant 5 min avec différentes forces.

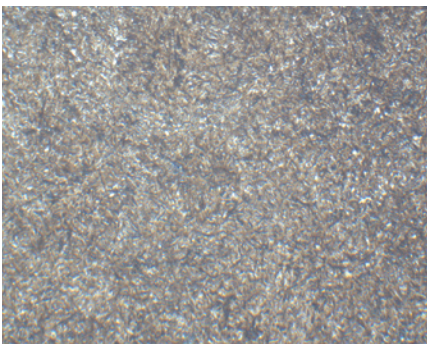


Fig. 17: Martensite dans un acier à outil (9CrWMn) attaqué au Nital 3%. Microscope optique. BF, grossissement original 500x

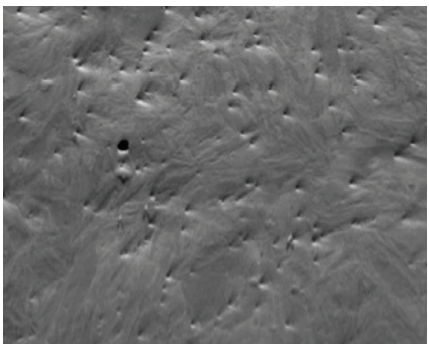


Fig. 18: Image de martensite dans un acier à outil (9CrWMn) par diffraction d'électron à faible angle de réflexion. MEB, grossissement original 1500x

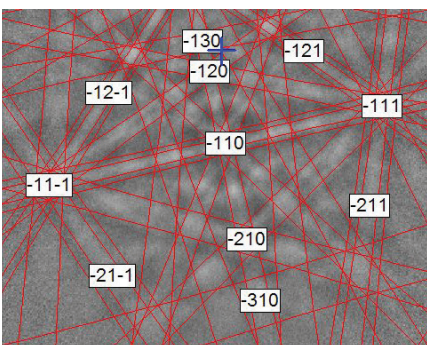


Fig. 19: Cliché EBSD de martensite (structure cubique centrée) dans un acier à outil (9CrWMn), indexé.

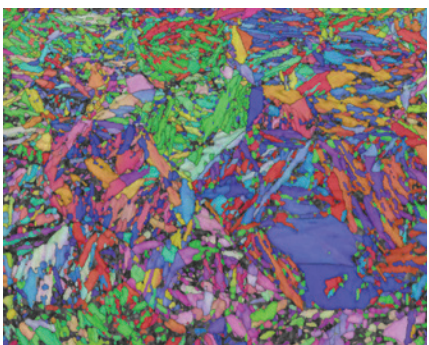


Fig. 20: Cartographie EBSD pour l'examen d'une structure cristalline dans un outil d'acier (9CrWMn). (Coloration IPF). Grossissement original 1500x.

Fontes grises et nodulaires

La difficulté principale lors de la préparation des fontes grises et nodulaires est de pouvoir garder le graphite tendre, en forme de lamelles ou nodules, dans leur forme et taille réelles. Le polissage fin diamanté est alors accompli sur un drap de polissage de faible élasticité MD-Dur et OP-U pour le polissage final afin d'assurer la planéité optimale du graphite (ce processus est également utile pour la préparation des aciers avec inclusions et carbures). Le résultat obtenu pour une fonte graphite nodulaire/sphéroïdale GGG60 est illustré aux fig. 21-24.

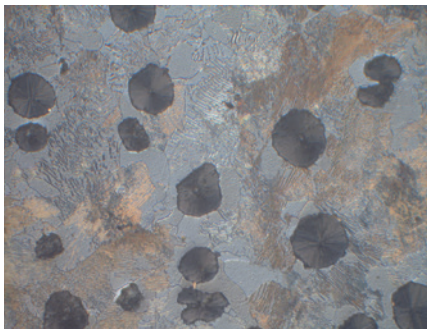


Fig. 21: Fonte nodulaire, GGG60 attaquée au Nital 3%. La ferrite est blanche, les nodules de graphite sont gris foncés, et le reste est de la perlite (brunâtre). Microscope optique, DIC, grossissement original 500x.

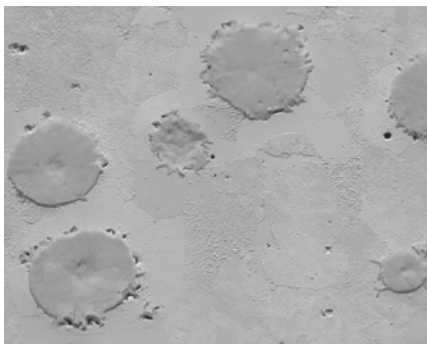


Fig. 22: Image de fonte nodulaire GGG60, par diffraction d'électron à faible angle de réflexion. Noter les nodules de graphite bien préservés. MEB, grossissement original 750x.

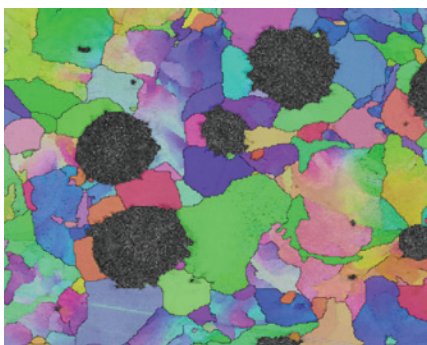
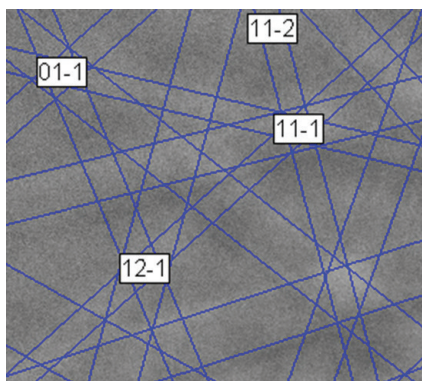


Fig. 23: Cartographie EBSD de fonte GGG60 (coloration IPF). Pour l'examen de la taille des grains et l'orientation des grains. 750x.

Fontes grises							
Etape		PG	FG	DP 1		DP 2	OP
Support		Foil/Paper	MD-Largo	MD-Dur		MD-Nap	MD-Chem
Abrasisif	Type	SiC	Diamond	Diamond		Diamond	Collodial Silica
	Taille	#320	9 µm	3 µm		1 µm	0.04 µm
Suspension / Lubrifiant		Water	DiaPro Allegro/Largo 9	DiaPro Dur 3		DiaPro Nap B 1	OP-U NonDry
t/m		300	150	150		150	150
Force (N)		30	30	30	15	10	10
Temps (min)		1	5-10	5	5	5	1-2

Ce processus de préparation permet l'inspection EBSD de la matrice de l'échantillon et expose le graphite bien retenu, sans relief excessif. Toutefois, la nature du graphite, même après un polissage final long, ne permet pas de réaliser une inspection EBSD automatique des nodules. Les clichés EBSD du graphite sont de qualité médiocre. Néanmoins, la fig. 24 montre qu'il est possible d'indexer le graphite.



Noter:

- Comme alternative à DiaPro, la suspension diamantée polycristalline P, 9 µm, 3 µm et 1 µm peut être utilisée avec du lubrifiant bleu.
- DP 1 est accompli deux fois 5 min en appliquant différentes forces.

Fig. 24: Cliché EBSD de graphite (structure hexagonale compacte) dans une fonte GGG60 indexée.

Polissage électrolytique

A la place de la préparation mécanique, le polissage électrolytique représente souvent une bonne technique de préparation alternative des métaux ferreux, car elle est rapide (quelques secondes) et ne laisse aucune déformation mécanique.

Le polissage électrolytique implique un enlèvement de matière (dissolution anodique) de la surface de l'échantillon dans une cellule électrolytique, l'échantillon étant l'anode.

Le polissage électrolytique nécessite que la structure de l'échantillon soit relativement homogène. Pour les métaux ferreux composés de plusieurs phases différentes (c'est-à-dire avec différents potentiels électrochimiques), l'une des phases sera davantage polie par rapport à une autre et soit un relief excessif sera créé ou bien encore la phase sera endommagée.

L'équipement de polissage automatique LectroPol-5 contrôle la plupart des paramètres utilisés dans un processus électrolytique pour un métal spécifique, et le logiciel tient le registre des paramètres suivants: la tension, la dimension de la région polie, l'électrolyte, la température de l'électrolyte, le taux de flux et le temps du processus.

Avant le polissage électrolytique, un prétraitement de la surface à polir est nécessaire.

L'échantillon est tout d'abord prépoli sur papier SiC, par exemple 320#, 500# et 1000# pendant une minute sur chaque papier. Moins de relief et une meilleure planéité peuvent être obtenus lorsque l'échantillon est poli mécaniquement jusqu'à 3 µm selon la méthode de préparation de base.

Préparation électrolytique pour la plupart des aciers

Des résultats EBSD de bonne qualité peuvent être obtenus en polissant les aciers au carbone et faiblement alliés électrolytiquement à partir des données indiquées au Tableau 1.

Ce processus peut aussi être utilisé pour révéler la matrice des fontes grises et des aciers contenant des inclusions ou des carbures. En raison de leur différents potentiels électrochimiques, ces constituants ne seront pas polis, mais «s'échapperont» et les surfaces qu'ils occupaient apparaîtront ainsi plus grandes.

Cependant, pour l'analyse EBSD de la mar-

tensite, le polissage électrolytique n'est pas adéquat. Il est inévitable qu'au cours du polissage, la structure soit également attaquée par l'électrolyte. Le contraste en résultant est alors trop prononcé pour pouvoir obtenir un bon cliché EBSD en raison du phénomène des zones d'ombres.

Méthode de préparation électrolytique des aciers fortement alliés

Des clichés EBSD de très bonne qualité peuvent être obtenus en polissant les aciers fortement alliés électrolytiquement selon les données indiquées au Tableau 2.

LectroPol-5, équipement automatique de polissage et d'attaque électrolytiques



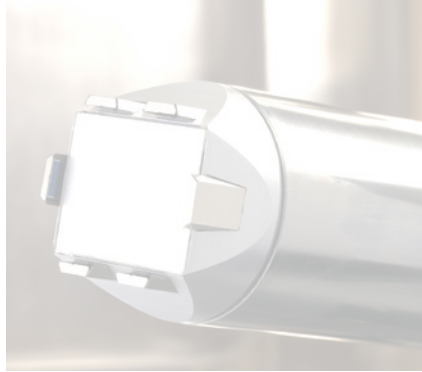
Tableau 1
Acier au carbone ordinaire, acier faiblement allié

Electrolyte:	A2*
Surface:	1 cm ²
Tension:	40 V
Flux:	14
Temps:	12 s

Tableau 2
Aciers fortement alliés

Electrolyte:	A3*
Surface:	1 cm ²
Tension:	35 V
Flux:	13
Temps:	25 s

* Pour la formule de l'électrolyte, veuillez contacter votre représentant Struers



La préparation mécanique comparée à la préparation électrolytique

Même si la surface d'un échantillon semble très différente au MEB selon que le même matériau ait été préparé électrolytiquement ou mécaniquement, des cartographies EBSD de haute qualité sont obtenues avec ces deux finis de surface. Fig. 26 et 27, montrant un échantillon

d'acier inoxydable duplex, illustrent ces différences.

Un résultat avec pratiquement aucune déformation et un minimum de relief peut être obtenu pour la plupart des aciers ferreux à l'aide d'une préparation mécanique adéquate. Des éléments structuraux tels que le graphite, les inclusions et les carbures peuvent alors aussi être analysés à

l'aide de la EBSD. Ce processus est long, cependant, de 25 à 35 min. En revanche, le polissage électrolytique est rapide et offre un contraste plus élevé qui permettra de distinguer la matrice de l'échantillon après un temps total d'environ 5 min.

Acier inoxydable duplex

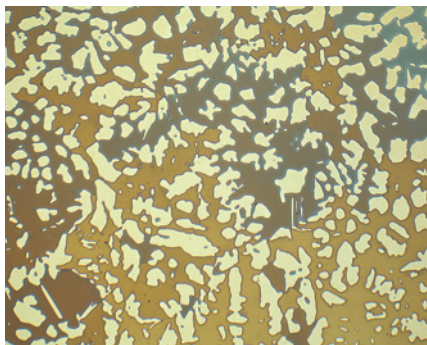


Fig. 25: Acier inoxydable duplex, après attaque électrolytique dans une solution aqueuse de 40% d'hydroxyde de sodium, montrant de l'austénite (cfc) en blanc, et de la ferrite jaunâtre et bleuâtre (structure cubique centrée). Microscope optique, BF, grossissement original 200x.

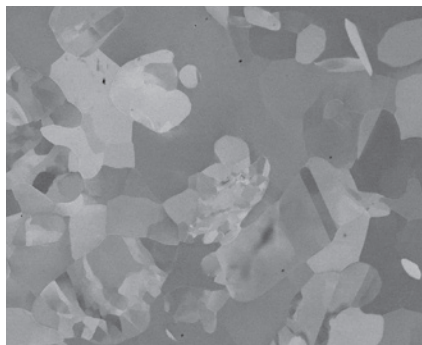


Fig. 26: Acier inoxydable duplex après prépolissage sur papier SiC jusqu'à 1000# suivi par un polissage électrolytique. MEB, grossissement original 800x.

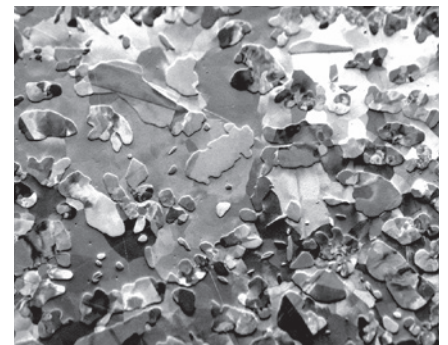


Fig. 27: Acier inoxydable duplex après polissage mécanique jusqu'à l'étape OP-S. MEB, grossissement original 800x.

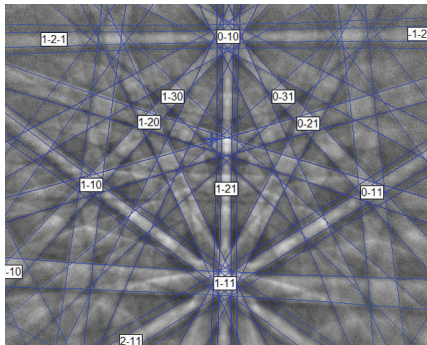


Fig. 28: Cliché EBSD indexé, structure cristalline cubique centrée, ferrite dans de l'acier inoxydable duplex.

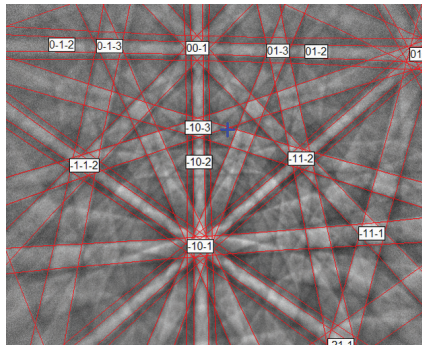


Fig. 29: Cliché EBSD indexé, structure cristalline cubique à face centrée, austénite dans de l'acier inoxydable duplex.

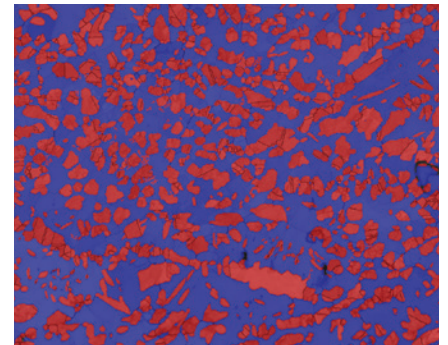


Fig. 30: Cartographie des phases d'un acier inoxydable duplex montrant la phase cubique à face centrée en rouge et la phase cubique centrée en bleu. 800x.



Résumé

La variété des informations obtenues par une analyse EBSD est vaste: évaluation de la taille de grain; analyse de la forme, répartition, taille, limite, déformation, orientation et identification des phases, inclusions, carbures et précipités.

Les exemples décrits dans cette Note d'application illustrent certaines des applications de l'analyse EBSD de métaux ferreux. La technique EBSD est appliquée pour un grand nombre d'autres analyses spécifiques d'échantillons appartenant à ce groupe de matériaux, par exemple: l'évaluation de la phase sigma dans les aciers fortement alliés, la teneur en inclusions des aciers, l'évaluation des mesures de la ferrite et de l'austénite résiduelles dans les aciers.

Quel que soit l'objectif d'une analyse EBSD, celle-ci requiert une préparation spécifique et soignée des échantillons, des solutions adéquates permettant de manipuler facilement et avec précaution les échantillons par un enrobage ou à l'aide de dispositifs de bridage, car la dimension de l'échantillon est limitée par la capacité de la chambre du MEB.

Pour un polissage mécanique réussi, il est recommandé:

- d'éviter l'emploi d'abrasifs grossiers pour le prépolissage plan.
- de procéder à un prépolissage fin et polissage à l'abrasif diamanté méticuleux afin d'éliminer toute déformation provenant du prépolissage plan.
- de réaliser le polissage final aux oxydes à la silice colloïdale pour obtenir une surface pratiquement sans déformation.

Le polissage électrolytique, offrant une surface exempte de déformation, est une technique de préparation rapide et efficace pour les métaux ferreux homogènes.

Des méthodes de préparation métallographique mécanique et électrolytique adéquates des métaux ferreux pour l'analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) sont décrites. Pour des résultats optimaux, une combinaison de ces deux techniques de préparation, combinées avec de bonnes pratiques de laboratoire, impliquant un nettoyage soigné et une bonne protection des surfaces préparées, sont recommandés.

Glossaire

¹ **EDS**: la spectroscopie aux rayons X à dispersion d'énergie est une technique analytique utilisée pour l'analyse élémentaire ou la caractérisation chimique d'un échantillon. Comme tout type de spectroscopie, celle-ci dépend de l'examen de l'échantillon par le biais des interactions entre la radiation électromagnétique et la matière, l'analyse par les rayons X émis par la matière alors que celle-ci est frappée par des particules chargées. Ses capacités de caractérisation sont, dans une large mesure, basées sur le principe fondamental que chaque élément possède une structure atomique unique, permettant aux rayons X, caractéristique de la structure atomique d'un élément, d'être identifiés de façon unique l'un par rapport à l'autre.

² **Bragg**: condition de Bragg: La condition de Bragg définit les conditions régissant la diffraction. Cette condition peut s'exprimer par la formule suivante:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta_B$$

- θ_B est l'angle de Bragg
- n est un nombre entier et définit l'ordre de diffraction, par exemple, le premier.
- d_{hkl} est la distance inter-réticulaire du plan (hkl)
- λ est la longueur d'onde du rayon incident

Pour les électrons MEB, la longueur d'onde (λ) est

$$\lambda = \frac{0.387}{\sqrt{kV}}$$

où kV est la tension d'accélération (kV).

³ **Bandes de Kikuchi**: les bandes de Kikuchi sont des caractéristiques linéaires apparaissant lors d'un EBSP (cliché de Kikuchi). Elles correspondent à une différence d'intensité des électrons à partir du niveau de fond. La largeur d'une bande de Kikuchi représente deux fois l'angle de Bragg du plan pertinent.

⁴ **Transformée de Hough**: La détection automatisée des bandes de Kikuchi dans le logiciel d'acquisition CHANNEL est basée sur une transformation de Hough.

La transformée de Hough fait la cartographie de l'image EBSP (X,Y) dans l'espace de Hough ("thêta", "distance") en calculant l'intensité moyenne le long des lignes inclinées en angle "thêta" et déplacées à partir du centre de l'image par la "distance". Un point dans l'EBSP se transforme en une sinusoïde dans l'espace de Hough, une ligne mince se transforme en un point. Une

ligne de Kikuchi de largeur d se transforme en une paire de maxima (ou minima) locale qui sont séparées par une distance d . Un filtre papillon est utilisé pour identifier ces maxima.

⁵ **IPF** (Inverse Pole Figure): Composant créant une cartographie sous forme de figure de pôle inverse permet d'interpréter rapidement les orientations cristallographiques en termes de système de coordonnées (par exemple, le sens de laminage).



The Business of Science®



Struers ApS

Pederstrupvej 84
DK-2750 Ballerup, Denmark
Phone +45 44 600 800
Fax +45 44 600 801
struers@struers.dk
www.struers.com

Note d'application

Préparation des métaux ferreux pour l'analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

Rikke Ellemann-Biltoft,

Oxford Instruments NanoAnalysis

Halifax Road, High Wycombe,
Bucks HP12 3SE, UK

Téléphone Royaume Uni: +44 (0) 1494 442255

Email: nanoanalysis@oxinst.com

www.oxford-instruments.com

Anne Guesnier,

Struers A/S

Copenhagen, Danemark

Bibliographie

Microtexture Determination by Electron Backscatter Diffraction, Dingley, D.J. & Randle, V. 1992, J. Mat. Sci. 27, Vol. 17, 4545-4566.

Electron Diffraction Based Techniques in Scanning Electron Microscopy of Bulk Materials,

A.J. Wilkinson and P.B. Hirsch, Micron., Vol. 28, 279-308, (1997).

Review: Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction, F. J. Humphreys, J. Mat. Sci. 36 (2001), 3833 - 3854

Structure 38 Preparation for Electron Backscatter Diffraction with LaboPol-4/Labo-Force-1, Danko Katrakova, Morten J. Damgaard and Frank Mücklich

Journal of Microscopy, 205, 3 (March 2002) 10 papers on the EBSD technique

Journal of Microscopy, 213, 3 (March 2004) 13 papers on the EBSD technique

Quantitative metallography by electron backscattered diffraction, F.J. Humphreys, Journal of Microscopy, V195, Pt 3 Sept 1999, P170-185.

Reference to equipment used

EBSD: NORDLYS S detector and the CHANNEL5 software

SEM: Zeiss LEO Supra55 VP - field emission type

AUSTRALIA & NEW ZEALAND

Struers Australia
27 Mayneview Street
Milton QLD 4064
Australia
Tel.: +61 7 3512 9600
Fax: +61 7 3369 8200
info.au@struers.dk

BELGIUM (Wallonie)
Struers S.A.S.
370, rue du Marché Rollay
F- 94507 Champigny
sur Marne Cedex
Tel.: +33 1 5509 1430
Fax: +33 1 5509 1449
struers@struers.fr

BELGIUM (Flanders)
Struers GmbH Nederland
Zomerdijk 34 A
3143 CT Maassluis
Tel.: +31 (10) 599 7209
Fax: +31 (10) 599 7201
netherlands@struers.de

CANADA
Struers Ltd.
7275 West Credit Avenue
Mississauga, Ontario L5N 5M9
Tel.: +1 905-814-8855
Fax: +1 905-814-1440
info@struers.com

CHINA
Struers Ltd.
No. 1696 Zhang Heng Road
Zhang Jiang Hi-Tech Park
Shanghai 201203, P.R. China
Tel.: +86 (21) 6035 3900
Fax: +86 (21) 6035 3999
struers@struers.cn

CZECH REPUBLIC & SLOVAKIA
Struers GmbH Organizační složka
vědeckotechnický park
Přílepská 1920,
CZ-252 63 Roztoky u Prahy
Tel.: +420 233 312 625
Fax: +420 233 312 640
czechrepublic@struers.de
slovakia@struers.de

GERMANY
Struers GmbH
Carl-Friedrich-Benz-Straße 5
D- 47877 Willich
Tel.: +49 (0) 2154 486-0
Fax: +49 (0) 2154 486-222
infoservice@struers.de

FRANCE
Struers S.A.S.
370, rue du Marché Rollay
F-94507 Champigny
sur Marne Cedex
Tel.: +33 1 5509 1430
Fax: +33 1 5509 1449
struers@struers.fr

HUNGARY
Struers GmbH
Magyarországi Fióktelep
2040 Budaörs
Szabadság utca 117
Phone +36 (23) 80 60 90
Fax +36 (23) 80 90 91
hungary@struers.de

IRELAND
Struers Ltd.
Unit 11 Evolution@ AMP
Whittle Way, Catcliffe
Rotherham S60 5BL
Tel.: +44 0845 604 6664
Fax: +44 0845 604 6651
info@struers.co.uk

ITALY
Struers Italia
Via Monte Grappa 80/4
20020 Arese (MI)
Tel.: +39-02/38236281
Fax: +39-02/38236274
struers.it@struers.it

JAPAN
Struers K.K.
Takanawa Muse Bldg. 1F
3-14-13 Higashi-Gotanda,
Shinagawa
Tokyo
141-0022 Japan
Tel.: +81 3 5488 6207
Fax: +81 3 5488 6237
struers@struers.co.jp

NETHERLANDS

Struers GmbH Nederland
Zomerdijk 34 A
3143 CT Maassluis
Tel.: +31 (10) 599 7209
Fax: +31 (10) 599 7201
netherlands@struers.de

NORWAY

Struers ApS, Norge
Sjøskegenvæien 44C
1407 Vinterbro
Tel.: +47 970 94 285
info@struers.no

AUSTRIA

Struers GmbH
Zweigniederlassung Österreich
Betriebsgebiet Puch Nord 7
5412 Puch
Tel.: +43 6245 70567
austria@struers.de

POLAND

Struers Sp. z o.o.
Oddział w Polsce
ul. Jasnogórska 44
31-358 Kraków
Tel.: +48 12 661 20 60
Fax: +48 12 626 01 46
poland@struers.de

ROMANIA

Struers GmbH, Sucursala Bucuresti
Str. Preciziei nr. 6R
062203 sector 6, Bucuresti
Tel.: +40 (31) 101 9548
Fax: +40 (31) 101 9549
romania@struers.de

SWITZERLAND

Struers GmbH
Zweigniederlassung Schweiz
Weissenbrunnstraße 41
CH-8903 Birmensdorf
Tel.: +41 44 777 63 07
Fax: +41 44 777 63 09
switzerland@struers.de

SINGAPORE

Struers Singapore
627A Aljunied Road,
#07-08 BizTech Centre
Singapore 389842
Tel.: +65 6299 2268
Fax: +65 6299 2661
struers.sg@struers.dk

SPAIN

Struers España
Camino Cerro de los Gamos 1
Building 1 - Pozuelo de Alarcón
CP 28224 Madrid
Tel.: +34 917 901 204
Fax: +34 917 901 112
struers.es@struers.es

FINLAND

Struers ApS Suomi
Sahaajankatu 20-22 A6
00880 Helsinki
Tel.: +358 (0)207 919 430
finland@struers.fi

SWEDEN

Struers Sverige
Box 20038
161 02 Bromma
Tel.: +46 (0)8 447 53 90
Fax: +46 (0)8 447 53 99
info@struers.se

UNITED KINGDOM

Struers Ltd.
Unit 11 Evolution @ AMP
Whittle Way, Catcliffe
Rotherham S60 5BL
Tel.: +44 0845 604 6664
Fax: +44 0845 604 6651
info@struers.co.uk

USA

Struers Inc.
24766 Detroit Road
Westlake, OH 44145-1598
Tel.: +1 440 871 0071
Fax: +1 440 871 8188
info@struers.com