N°d'ordre NNT : 2023ISAL0026

THESE de DOCTORAT DE L'INSA LYON, membre de l'Université de Lyon

Ecole Doctorale N° 34
Ecole Doctorale Matériaux de Lyon

Spécialité/ discipline de doctorat :
Matériaux

Soutenue publiquement le 22/03/2023, par :
Romain Facchinetti

Développement de la méthode eCHORD pour la caractérisation multiéchelle d'alliages d'aluminium

---

Devant le jury composé de :

Nom, prénom	Professeur établissement/entreprise	
Barrallier, Laurent	Professeur, ENSAM Aix en Provence	Rapporteur
Bouzy, Emmanuel	Professeur, LEM3-Metz	Rapporteur
Bozzolo, Nathalie	Professeure, CEMEF Nice Sophia-Antipolis	Examinatrice
Langlois, Cyril	Maître de conférences HDR, INSA-Lyon	Directeur de thèse
Cazottes, Sophie	Maître de conférences HDR, INSA Lyon	Co-encadrante
Maurice, Claire	Chargée de Recherche, Mines Saint-Etienne	Co-encadrante
Frincu, Bianca	Docteure, Constellium	Invitée

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	**CHIMIE DE LYON** **https://www.edchimie-lyon.fr** Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage secretariat@edchimie-lyon.fr	**M. Stéphane DANIELE** C2P2-CPE LYON-UMR 5265 Bâtiment F308, BP 2077 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69616 Villeurbanne **directeur@edchimie-lyon.fr**
E.E.A.	**ÉLECTRONIQUE, ÉLECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE** **https://edeea.universite-lyon.fr** Sec. : Stéphanie CAUVIN Bâtiment Direction INSA Lyon Tél : 04.72.43.71.70 secretariat.edeea@insa-lyon.fr	**M. Philippe DELACHARTRE** INSA LYON Laboratoire CREATIS Bâtiment Blaise Pascal, 7 avenue Jean Capelle 69621 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.72.43.88.63 **philippe.delachartre@insa-lyon.fr**
E2M2	**ÉVOLUTION, ÉCOSYSTÈME, MICROBIOLOGIE, MODÉLISATION** **http://e2m2.universite-lyon.fr** Sec. : Bénédicte LANZA Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr	**Mme Sandrine CHARLES** Université Claude Bernard Lyon 1 UFR Biosciences Bâtiment Mendel 43, boulevard du 11 Novembre 1918 69622 Villeurbanne CEDEX **sandrine.charles@univ-lyon1.fr**
EDISS	**INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTÉ** **http://ediss.universite-lyon.fr** Sec. : Bénédicte LANZA Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 secretariat.ediss@univ-lyon1.fr	**Mme Sylvie RICARD-BLUM** Institut de Chimie et Biochimie Moléculaires et Supramoléculaires (ICBMS) - UMR 5246 CNRS - Université Lyon 1 Bâtiment Raulin - 2ème étage Nord 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69622 Villeurbanne Cedex Tél : +33(0)4 72 44 82 32 **sylvie.ricard-blum@univ-lyon1.fr**
INFOMATHS	**INFORMATIQUE ET MATHÉMATIQUES** **http://edinfomaths.universite-lyon.fr** Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage Tél : 04.72.43.80.46 infomaths@univ-lyon1.fr	**M. Hamamache KHEDDOUCI** Université Claude Bernard Lyon 1 Bât. Nautibus 43, Boulevard du 11 novembre 1918 69 622 Villeurbanne Cedex France Tél : 04.72.44.83.69 **hamamache.kheddouci@univ-lyon1.fr**
Matériaux	**MATÉRIAUX DE LYON** **http://ed34.universite-lyon.fr** Sec. : Yann DE ORDENANA Tél : 04.72.18.62.44 yann.de-ordenana@ec-lyon.fr	**M. Stéphane BENAYOUN** Ecole Centrale de Lyon Laboratoire LTDS 36 avenue Guy de Collongue 69134 Ecully CEDEX Tél : 04.72.18.64.37 **stephane.benayoun@ec-lyon.fr**
MEGA	**MÉCANIQUE, ÉNERGÉTIQUE, GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE** **http://edmega.universite-lyon.fr** Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bâtiment Direction INSA Lyon mega@insa-lyon.fr	**M. Jocelyn BONJOUR** INSA Lyon Laboratoire CETHIL Bâtiment Sadi-Carnot 9, rue de la Physique 69621 Villeurbanne CEDEX **jocelyn.bonjour@insa-lyon.fr**
ScSo	**ScSo*** **https://edsciencessociales.universite-lyon.fr** Sec. : Mélina FAVETON INSA : J.Y. TOUSSAINT Tél : 04.78.69.77.79 melina.faveton@univ-lyon2.fr	**M. Bruno MILLY** Université Lumière Lyon 2 86 Rue Pasteur 69365 Lyon CEDEX 07 **bruno.milly@univ-lyon2.fr**

*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUÉES LYON

Département de la Formation par la Recherche et des Études Doctorales (**FEDORA**)

Bâtiment INSA direction, 1er étage
37, av. J. Capelle
69621 Villeurbanne Cédex
fedora@insa-lyon.fr

Référence : TH0953_FACCHINETTI

L'INSA Lyon a mis en place une procédure de contrôle systématique via un outil de détection de similitudes (logiciel Compilatio). Après le dépôt du manuscrit de thèse, celui-ci est analysé par l'outil. Pour tout taux de similarité supérieur à 10%, le manuscrit est vérifié par l'équipe de FEDORA. Il s'agit notamment d'exclure les auto-citations, à condition qu'elles soient correctement référencées avec citation expresse dans le manuscrit.

Par ce document, il est attesté que ce manuscrit, dans la forme communiquée par la personne doctorante à l'INSA Lyon, satisfait aux exigences de l'Etablissement concernant le taux maximal de similitude admissible.

INSA LYON
Campus LyonTech La Doua
20, avenue Albert Einstein - 69621 Villeurbanne cedex - France
Tél. +33 (0)4 72 43 83 83 - Fax +33 (0)4 72 43 85 00
www.insa-lyon.fr

membre de UNIVERSITÉ DE LYON

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Résumé :

Les propriétés des matériaux métalliques sont étroitement reliées à leur microstructure. Les paramètres clés de la microstructure (taille des grains, présence de texture, description des phases présentes, état de déformation, etc. . .) sont souvent quantifiés via l'analyse de cartographies d'orientation. Les alliages d'aluminium présentent généralement des structures multiéchelles, qui sont généralement caractérisées par microscopie électronique à balayage (MEB) avec la technique EBSD. Les objets de taille nanométrique nécessitent alors l'utilisation d'une seconde technique de caractérisation, à savoir la Microscopie Electronique en Transmission.

La méthode electron CHanneling ORientation Determination (eCHORD), développée au laboratoire MATEIS, a été présentée en 2019. Les premiers résultats avaient révélé que cette méthode pouvait permettre d'obtenir des résolutions spatiales nanométriques, mais aussi de faire des cartographies d'orientation de grande taille à partir des variations de contraste de canalisation observés sur des séries d'images BSE. Dès lors, ce travail, réalisé dans le cadre du projet CHORDellium, regroupant l'entreprise Constellium et les laboratoires LGEF et MATEIS, vise à développer la méthode eCHORD dans le but de réaliser des cartographies d'orientation multiéchelle sur des alliages d'aluminium commerciaux.

Le premier objectif de ce travail a été de consolider l'approche de cette méthode via le développement d'outils adaptés au traitement et à la validation des données. Le second but de l'étude portait sur la capacité de la méthode à discriminer différentes structures cristallographiques. Le troisième objectif se focalisait sur la détermination de la taille des grains et de la fraction recristallisée directement à partir des images BSE, et sans utilisation des orientations cristallographiques. La méthode développée permet un gain de temps considérable par rapport à l'EBSD en termes de temps d'acquisition des données, et par rapport à eCHORD en termes de temps de calcul des cartographies. Le dernier objectif de la thèse a porté sur la réalisation de cartographies de type mosaïque à partir desquelles des cartes sur de très grandes zones de l'échantillon (mm ou cm) peuvent être obtenues, et présentant des résolutions spatiales particulièrement adaptées aux microstructures étudiées.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Abstract :

The properties of metallic materials are closely related to their microstructure. The key parameters of the microstructure (grain size, texture, phases, state of deformation, etc.) are often quantified via the analysis of orientation maps. Aluminum alloys generally have multiscale structures, which are usually characterized by scanning electron microscopy (SEM) with the EBSD technique. Nano-sized objects require the use of a second characterization technique : Transmission Electron Microscopy.

The electron CHanneling ORientation Determination (eCHORD) method, developed in the MATEIS laboratory, was presented in 2019. The first results had revealed that this method could allow to obtain nanometric spatial resolutions. It also provide orientation maps of large areas of interest from channeling contrast variations observed on BSE image series. Therefore, this work, carried out within the framework of the CHORDellium project, which gathered Constellium company and the LGEF and MATEIS laboratories, aims to develop the eCHORD method in order to carry out multiscale orientation mapping on commercial aluminum alloys.

The first objective of this work was to consolidate the approach of this method through the development of tools adapted to the processing and validation of data. The second objective of the study was to investigate the ability of the method to discriminate different crystallographic structures. The third objective focused on the determination of grain size and recrystallized fraction directly from the BSE images, without using crystallographic orientations. The last objective of the thesis focused on the realization of mosaic type maps. Orientation maps on very large areas of the sample (mm or cm) can be obtained, and have spatial resolutions particularly adapted to the studied microstructures.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Table des matières

Introduction **1**

1 La caractérisation d'alliages d'aluminium au Microscope Electronique à Balayage **3**
1.1 Rôle de la microstructure sur les propriétés des alliages d'aluminium 3
1.1.1 Les alliages d'aluminium 3
1.2 Technique de caractérisation de la microstructure 6
1.2.1 Les orientations cristallines 6
1.2.2 Méthodes courantes pour obtenir des cartographies d'orientation cristalline . . . 12
1.3 L'approche CHORD 18
1.3.1 Historique 18
1.3.2 Passage aux électrons 27
1.3.3 eCHORD avant le projet CHORDellium 39

2 Méthodes et Outils **49**
2.1 Outils pour les cartographies d'orientation 49
2.1.1 Logiciel d'analyse et de traitement de cartographie d'orientation 50
2.1.2 Importation Mtex 51
2.1.3 Etalonnage 53
2.2 Outils pour une approche prédictive 54
2.2.1 Développement de séries virtuelles 54
2.3 Etude de l'effet du bruit 58
2.3.1 Le bruit sur les images BSE 58
2.3.2 Effet du débruitage sur la résolution spatiale 59
2.4 Détermination d'un coefficient attestant la qualité d'alignement des séries 60
2.4.1 Concept et application théorique 60
2.4.2 Application expérimentale 63
2.5 Acquisition de séries mosaïques 68
2.5.1 Acquisition de série CHORD mosaïques automatiques au microscope électronique à balayage 68
2.5.2 Post traitement pour l'obtention de cartographies d'orientations 70
2.6 Conclusion du chapitre 71

3 Discrimination de phase : un outil nécessaire pour la caractérisation de la précipitation **75**
3.1 Cas des phases intermétalliques de silicium 76
3.1.1 Limites de la discrimination de phases Al et Si avec les clichés de diffraction EBSD 77
3.2 Etude théorique de la discrimination de phase à l'aide des profils eCHORD 79
3.2.1 Phases aluminium et silicium 79
3.2.2 Phase Aluminium et Mg2Si 89

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

3.3 Etude expérimentale . . . 90
3.3.1 Discrimination des phases Si et Al dans un alliage 6111 avec la méthode eCHORD 91
3.3.2 Etude des différences . . . 95
3.3.3 Conclusion sur les erreurs d'indexation . . . 98
3.3.4 Stratégie d'acquisition pour prendre en compte le contraste chimique . . . 99

4 Etude de la taille des grains et de la fraction recristallisée : approche directe 103
4.1 Méthode . . . 104
4.1.1 Comparaison de profils . . . 104
4.1.2 Lien entre distances et désorientations . . . 105
4.1.3 Distance moyenne d'un voisinage (KAD) . . . 106
4.1.4 Reconstruction des grains et joints de grains à partir d'images BSE . . . 107
4.1.5 Outil de quantification intragranulaire : écart avec la distance de référence du grain (GRDD) et la moyenne des distances du grain (GDS) . . . 108
4.1.6 Fraction recristallisée . . . 108
4.2 Application de la méthode exploitant les profils d'intensité des images BSE pour une étude de la recristallisation d'un alliage d'aluminium 1050 . . . 111
4.2.1 Données expérimentales . . . 111
4.2.2 Analyse des résultats . . . 113
4.2.3 Résultats : reconstruction des grains et joints de grains à partir d'images BSE . . . 114
4.3 Discussion . . . 121
4.4 Observations de macles et reconstruction de grains parents à partir d'images BSE . . . 125
4.4.1 Méthode . . . 125
4.4.2 Résultats d'identification de macles . . . 125
4.5 Conclusion du chapitre . . . 128

5 Cas des structures hétérogènes en taille 131
5.1 Fabrication additive, des structures multiéchelles . . . 132
5.2 Méthode d'observation mosaïque . . . 133
5.2.1 Mosaïque en EBSD . . . 133
5.2.2 Vers des acquisitions mosaïque en eCHORD . . . 135
5.3 Application pour un matériau issu de la fabrication additive . . . 136
5.3.1 Les mosaïques au service de la résolution spatiale . . . 136
5.3.2 Les mosaïques pour des études statistiques à plus large champs . . . 137
5.4 Conclusion du chapitre . . . 140

Conclusion générale et perspectives 145

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Introduction

Par leur légèreté et leur grande formabilité, les alliages d'aluminium ont su s'imposer dans des secteurs comme l'aéronautique, l'automobile ou l'emballage. Or la compréhension des phénomènes influençant les propriétés des alliages est un point important pour développer de nouvelles nuances plus performantes. De plus, la microstructure d'un matériau est reliée à ses propriétés. Dans le cas de métaux, tels que les alliages d'aluminium, il est important de déterminer, de façon rapide, des paramètres microstructuraux comme une taille de grains, une texture, des phases intermétalliques et précipités ou alors un taux de recristallisation. Pour les alliages d'aluminium, cela implique également d'observer un matériau à différentes échelles pour caractériser sa microstructure, allant du nanomètre au centimètre. Une méthode pour remonter aux paramètres microstructuraux consiste à réaliser des cartographies d'orientation cristalline. La méthode la plus répandue pour l'obtention de ces cartes sur des matériaux massifs est une méthode exploitant la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), dans un microscope électronique à balayage (MEB). Pour des observations à l'échelle nanométrique, le microscope en transmission (MET) est privilégié. Ce dernier outil nécessite néanmoins de préparer les échantillons sous forme de lames minces. Pour optimiser le nombre d'électrons rétrodiffusés recueillis lors d'une acquisition EBSD, l'échantillon doit être incliné à 70°. Une telle inclinaison peut poser des problèmes de dérives d'échantillon, de distortions spatiales et une dégradation de la résolution spatiale latérale entre autres. De plus, cette technique nécessite une caméra spécifique.

Pour pallier ces inconvénients, une méthode alternative a été développée au laboratoire Matéis en 2015. Elle se base sur le contraste de canalisation des ions (iCHORD : ion CHanneling ORientation Determination) [17] . Cette méthode a ensuite été adaptée à la canalisation des électrons pour donner naissance à la méthode eCHORD (electron CHanneling ORientation Determination) (2018) [13].

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Elle présente certains avantages de par sa géométrie d'acquisition et l'utilisation possible d'une faible tension d'accélération des électrons (<1kV), permettant des acquisitions avec une bonne résolution spatiale dans un MEB. La preuve de concept, réalisée sur un échantillon d'alliage d'aluminium, montre une bonne efficacité sur ces matériaux légers.

Un projet naît alors d'une collaboration entre le groupe industriel Constellium, le laboratoire Mateis à Lyon et le laboratoire George Friedel (LGF) à Saint-Etienne. L'objectif est d'améliorer la méthode eCHORD pour la caractérisation d'alliages d'aluminium. Le but est donc de caractériser des alliages d'aluminium au MEB, impliquant d'avoir des acquisitions multiéchelles et aussi multiphasées, avec la méthode eCHORD. Les premières résultats de la méthode eCHORD fonctionnaient uniquement sur des matériaux avec une structure cubique. Les traitements et les moyens d'analyses étaient également peu automatisés. L'objectif est donc d'avoir une méthode fonctionnelle qui puisse s'implémenter facilement, accessible, afin d'obtenir le plus de paramètres microstructuraux rapidement. Ces études sont inscrites dans un projet, nommé CHORDellium, qui met en collaboration le laboratoire Matéis de l'INSA Lyon, le LGF des Mines de Saint Etienne et l'entreprise Constellium. Il est financé par la région Auvergne Rhone Alpes.

Un premier chapitre présentera un état de l'art des méthodes existantes pour la cartographie d'orientation, et rappellera le niveau de développement de la méthode eCHORD avant l'étude. La méthode eCHORD sera donc détaillée dans une dernière section de ce chapitre. Un deuxième chapitre présentera les différentes méthodes et outils développés autour de la méthode eCHORD. Ces outils ont pour objectif d'améliorer, faciliter et automatiser les acquisitions et les traitements post acquisitions. Un troisième chapitre portera sur la capacité sur la capacité de la méthode à discrimner différentes phases. Un quatrième chapitre présentera une méthode de caractérisation de tailles de grain, de désorientations internes ainsi que la détermination d'une fraction recristallisée à partir d'images BSE uniquement sans détermination des orientations, dans le but de gagner du temps de calcul notamment. Ensuite, un dernier chapitre portera sur une caractérisation multiéchelle avec eCHORD, avec en exemple un matériau possédant une microstructure hétérogène en taille, issu de fabrication additive. Enfin une conclusion avec les perspectives liées à la méthode eCHORD clôturera ce document.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 1

La caractérisation d'alliages d'aluminium au Microscope Electronique à Balayage

Afin d'étudier les alliages d'aluminium, ce chapitre montrera dans un premier temps qu'au cours de l'élaboration, la microstructure subit de nombreux changements avec des tailles caractéristiques qui sont multiéchelles. Afin de caractériser ces microstructures, des cartographies d'orientations sont réalisées. Différentes méthodes, permettant d'obtenir des cartographies d'orientation, seront présentées, dont une méthode basée sur les contrastes de canalisation des électrons, qui s'affranchit de certains inconvénients notamment pour la géométrie d'acquisition (méthode CHORD).

1.1 Rôle de la microstructure sur les propriétés des alliages d'aluminium

1.1.1 Les alliages d'aluminium

Historiquement, en 1854 les premières méthodes industrielles pour extraire de l'aluminium apparaissent. Jusqu'aux années 1890, l'aluminium reste un matériau très cher et utilisé pour le luxe. Enfin,

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

les méthodes d'extraction de l'aluminium à partir d'oxyde d'aluminium contenu dans la bauxite sont mises au point. Les premières industries d'alliage d'aluminium se développent alors ainsi que les premières applications automobiles et aéronautiques.

L'entreprise Constellium fabrique des alliages d'aluminium sous forme de produits semi-finis. Après une coulée, les alliages subissent une étape d'homogénéisation dans le but de remettre en solution les phases solubles. Les phases n'ayant pas été remises en solution forment des phases intermétalliques [3]. Les produits semi-finis sont généralement sous forme de tôles qui ont été laminées. Or, durant les étapes de laminage, la morphologie des grains évolue. Des textures apparaissent (figure 1.1) et le matériau s'écrouit. La figure 1.1 présente des grains allongés, à la suite de plusieurs étapes de laminage. Il est également possible de remarquer qu'une texture apparaît avec une orientation des grains préférentielle due au laminage. Cela fait alors apparaître une anisotropie [1] dans le matériau. Cette anisotropie provient de la forme des grains et leur orientation cristalline. Ceci montre que la microstructure régit les propriétés du matériau [4]. La figure 1.2 résume une microstructure d'un matériau avec des échelles allant du nanomètre au millimètre. Parmi les paramètres de la microstructure les plus influents, on peut noter : la nature des phases en présence, leur structure cristallographique, leur orientation et leur distribution de taille [5].

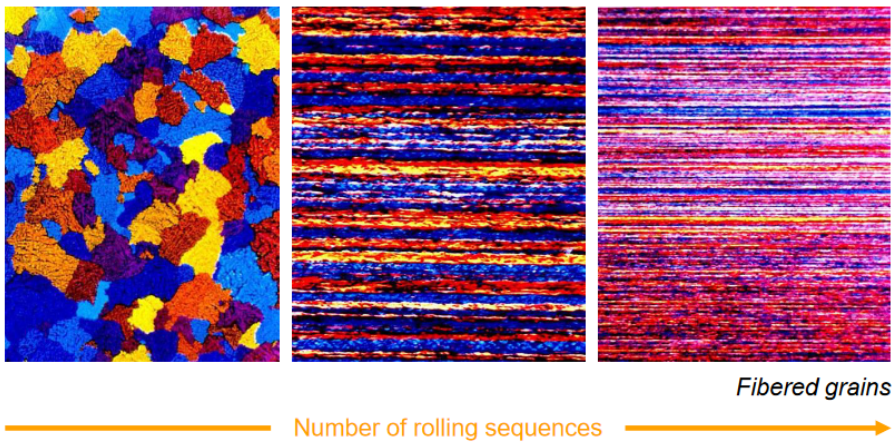

FIGURE 1.1 – Changement de la morphologie des grains lors des étapes de laminages. Figure issue d'un document interne Constellium.

Les traitements thermiques introduisent également des phénomènes de précipitation [9]. Un ré-

1. L'anisotropie implique que les propriétés physiques diffèrent selon la direction considérée

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

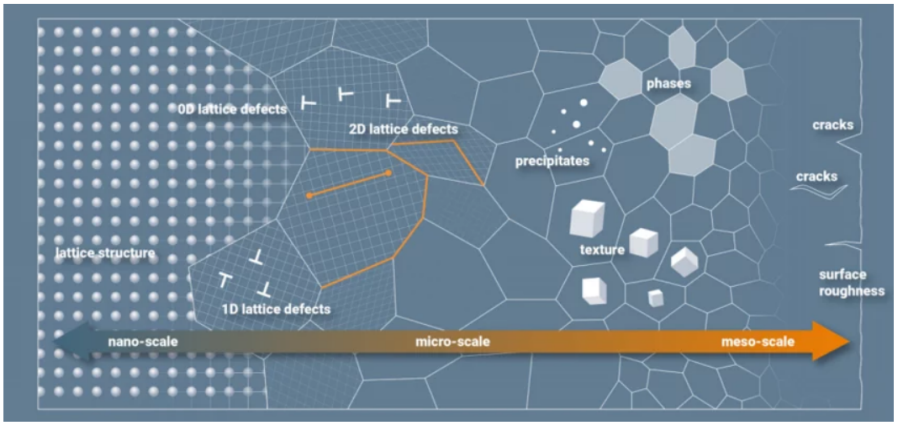

FIGURE 1.2 – Schéma représentatif des éléments constitutifs de la microstructure, de l'échelle atomique (paramètres de maille, défauts cristallin) à l'échelle micrométrique (précipités, phases, texture) jusqu'a l'échelle macroscopique (fissures). Figure issue de https ://www.mpie.de/microstructure-physics-and-alloy-design

Particule	Taille	Formation	Caractéristiques	Impact
Intermétalliques	qqs µm	Coulée	Insoluble	Néfastes pour la ténacité et la fatigue
Phases solubles		Coulée	Dissoutes lors de l'homo	- Doivent être dissoutes pour libérer les solutés et les rendre disponibles pour le durcissement - Risque de brûlure si traitement thermique mal conçu
	µm	Laminage	Dissoutes lors de la mise en solution	
Dispersoïdes	dizaines de nm	Homogénéisation	Contiennent Zr/Cr/Mn	- Bloquent/ralentissent la recristallisation - Peuvent être bénéfiques pour la fatigue et la ténacité
Précipités aux joints de grains	centaines de nm	Trempe, Revenu	Donnent naissance à une zone déplétée en précipités autour des joints de grains	Néfastes pour la ténacité et la corrosion
Précipités durcissants	nm	Maturation, Revenu	Responsables du durcissement via leur interraction avec les dislocations	Leur nature et leur taille doivent être contrôlées pour atteindre le compromis de propriétés souhaité

FIGURE 1.3 – Récapitulatif des précipités couramment rencontrés et leurs impacts dans les alliages d'aluminium. Figure issue d'un document interne Constellium.

sumé des phases pouvant apparaître avec leurs tailles caractéristiques se trouve en figure 1.3. L'existence et la nature de ces différentes phases dépendent de la composition chimique de l'alliage.

Les figure 1.2 et 1.3 montrent que la structure qui compose un alliage d'aluminium possède un caractère multiéchelle.

De plus, pour étudier l'anisotropie, il est nécessaire de connaître l'orientation des grains par rapport au repère de référence de l'échantillon. Pour connaître ces orientations des cartographies d'orientation sont réalisées [2]. Les cartographies d'orientations sont obtenues via des techniques détaillées par

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

la suite (section 1.2). Les orientations cristallines dans les grains étant différentes, les cartographies d'orientations renseignent également sur la distribution et la taille des grains.

1.2 Technique de caractérisation de la microstructure

Cette section présente les moyens les plus usuels utilisés pour la caractérisation des microstructures des alliages d'aluminium.

1.2.1 Les orientations cristallines

Les orientations cristallines utilisées pour les cartographies d'orientations sont définies dans cette section.

Définition des repères

Pour définir une orientation cristaline différents repères doivent être considérés. En effet on retrouve ces différents repères lors d'une observation MEB (figure 1.4) :

— Repère du microscope (noir) ($\vec{e_x}$, $\vec{e_y}$, $\vec{e_z}$)

— Repère de l'échantillon (bleu) ($\vec{i}$, $\vec{j}$, $\vec{\omega}$)

— Repère orthonormé lié au cristal ($\vec{x}$, $\vec{y}$, $\vec{z}$)

— Repère du cristal (gris)

Repère lié au MEB :

Le repère lié au MEB est un repère orthonormé direct dont l'axe $\vec{e_z}$ est orienté selon l'axe optique de la colonne électronique, pointant vers le canon. Ce répère est représenté en noir sur le schéma figure 1.4. Ce repère est fixe.

Le repère de l'échantillon :

C'est un repère orthonormé attaché à la platine goniométrique sur laquelle est fixé l'échantillon. Le repère de l'échantillon est orthonormé direct ($\vec{i}$, $\vec{j}$, $\vec{\omega}$) en bleu sur la figure 1.4. Dans le cas d'échantillons de matériaux laminés, ce repère peut être remplacé par le repère de laminage (DL, DT, DN), direction de laminage, tranverse et normale. Le repère de l'échantillon utilisé dans notre cas sera défini

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

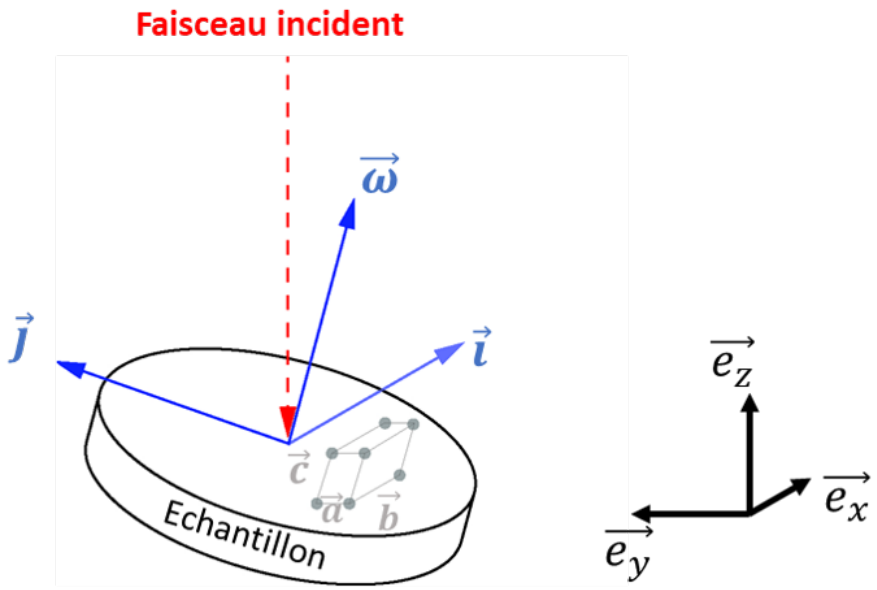

FIGURE 1.4 – Les différents repères lors d'une acquisition avec le repère du microscope en noir, celui de l'échantillon en bleu, celui lié au cristal en gris

plus en détail en section section 1.3.2.

Le repère orthonormé lié au cristal :

Il peut quant à lui être défini de plusieurs façons différentes. Le repère orthonormé lié au cristal se base sur le repère formé par les vecteurs définissant le réseau de Bravais du cristal ($\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$) en gris sur la figure 1.4. Pour se ramener à l'utilisation d'un repère orthonormé plusieurs conventions peuvent être utilisées [25]. Par exemple le repère orthonormé, ($\vec{x}$, $\vec{y}$, $\vec{z}$), peut être déduit de la facon suivante :

$$\vec{x} = \frac{\vec{a}}{\left\|\vec{a}\right\|}, \vec{z} = \frac{\vec{c}^*}{\left\|\vec{c}^*\right\|}, \vec{y} = \vec{z} \wedge \vec{x} \tag{1.1}$$

Où ($\vec{a*}$, $\vec{b*}$, $\vec{c*}$) constitue le réseau réciproque. Dans ce cas, la convention utilisée est la convention TSL.

Une autre convention (HKL) peut être définie avec :

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

$$\vec{y} = \frac{\vec{b}}{\left\|\vec{b}\right\|}, \vec{z} = \frac{\vec{c}^*}{\left\|\vec{c}^*\right\|}, \vec{x} = \vec{y} \wedge \vec{z} \tag{1.2}$$

D'autres conventions peuvent être utilisées mais elle ne seront pas présentée dans ce document. Pour la suite seulement les deux conventions présentées seront prises en compte.

Définition des orientations

Les orientations sont représentées comme une rotation du référentiel de l'échantillon vers le repère orthonormé lié au cristal. L'orientation sera donc définie comme une rotation qui donne les coordonnées d'un vecteur, défini dans le repère orthonormé lié au cristal, à partir des coordonnées du même vecteur, défini dans le repère de référence, sans changement sur le vecteur.

Les rotations peuvent être définies comme passives ou actives. Une rotation passive tourne le repère de référence alors qu'une rotation active va directement agir sur le vecteur (**r** dans l'exemple figure 1.5). Par exemple pour une rotation de 120° autour de la direction [111] suivi de 180° autour de la direction [110], on a la représentation d'une rotation passive et active en figure 1.5 [25].

Une rotation peut être représentée avec plusieurs outils comme les matrices, les angles d'Euler, une paire axe-angle, ou alors les quaternions [25].

Une rotation définie par les angles d'Euler se présente sous forme de trois angles (ϕ_1,Φ,ϕ_2). Pour passer du repère de l'échantillon ($\vec{i}$, $\vec{j}$, $\vec{\omega}$) à celui du cristal ($\vec{x}$, $\vec{y}$, $\vec{z}$) une première rotation autour de $\vec{\omega}$ et d'angle ϕ_1 est appliquée, donnant ($\vec{i}^{'}$, $\vec{j}^{'}$, $\vec{\omega}$). Une deuxième rotation est ensuite appliquée autour de $\vec{i}^{'}$ d'angle Φ amenant à ($\vec{i}^{'}$, $\vec{j}^{"}$, $\vec{z}$). Enfin, une dernière rotation est effectuée autour de $\vec{z}$ et d'angle ϕ_2 donnant ($\vec{x}$, $\vec{y}$, $\vec{z}$). Les angles d'Euler sont souvent utilisés en respectant la convention de Bunge, c'est-à-dire $\phi_1 \in [0, 2\pi], \Phi \in [0, \pi], \phi_2 \in [0, 2\pi]$. La convention de Bunge applique les rotations définies préalablement sur des axes qui changent, contrairement en aviation ou les angles sont appliqués sur d'autres axes qui sont fixes. Le triplet d'angles d'Euler est la représentation la plus utilisée, mais elle présente quelques inconvénients. En effet, plusieurs triplets (ϕ_1,Φ,ϕ_2) différents peuvent représenter une même orientation à cause des symmétries. Ou encore, lorsque Φ tend vers 0, les axes z ($\omega^{'}$) et ω sont alors semblables, modifier ϕ_1 ou ϕ_2 revient au même et cette configuration est appelée blocage de Cardan [19]. Dans cette représentation, les repères ne sont pas fixes, ce sont eux qui

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

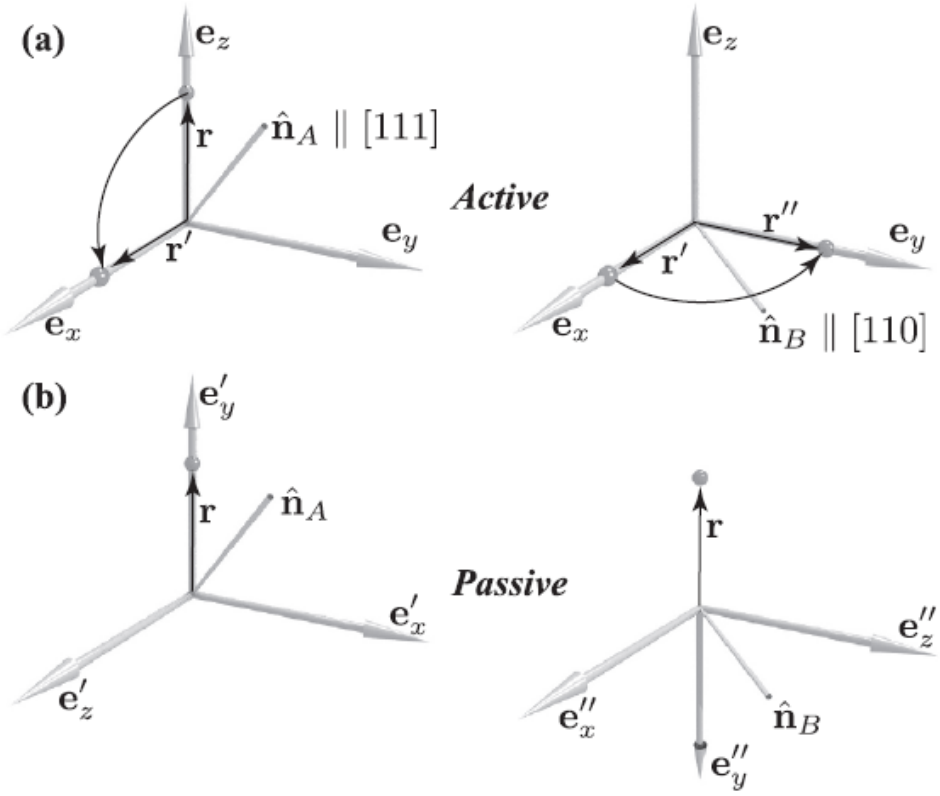

FIGURE 1.5 – Représentation d'une rotation de 120° sur [111] dont n_A est parallèle puis une rotation de 180° sur [110] dont le vecteur n_B est parallèle. Ces rotations sont appliquées au vecteur $r = (0, 0, z)$ donnant le vecteur r' après la première rotation puis le vecteur r" après la deuxième, avec a) Une représentation active, b) Une représentation passive. Figure issue de [25].

changent, cette représentation est donc passive.

Pour éviter ce dernier inconvénient, d'autres représentations comme les quaternions sont utilisées.

Les quaternions pour définir une orientation

Pour tous les calculs impliquant des orientations comme le calcul de désorientation, l'utilisation des quaternions est privilégiée. Un quaternion se présente comme une extension de nombres complexes avec quatre composantes, dont trois composantes imaginaires, qui peut s'écrire comme en équation 1.3.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

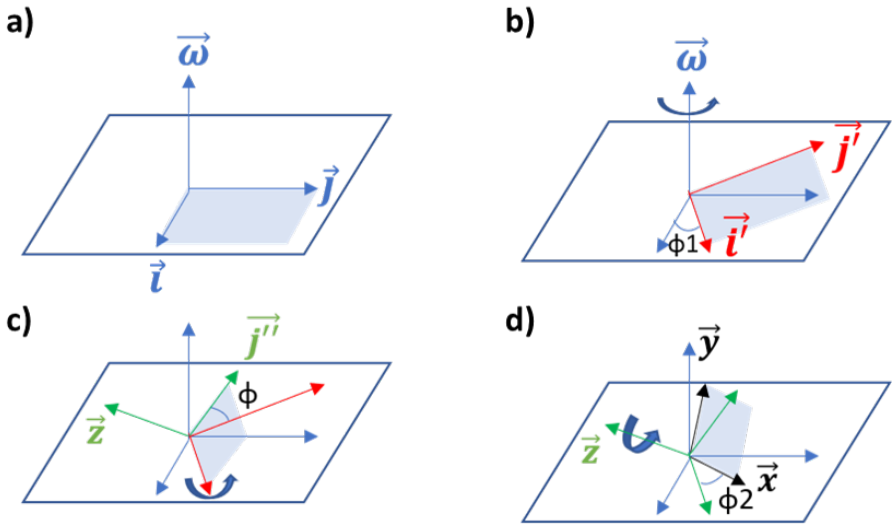

FIGURE 1.6 – Transformation définissant un triplet d'angles d'euler a) Repère de l'échantillon, b) Rotation autour de $\vec{\omega}$ d'un angle ϕ_1, c) Rotation autour de $\vec{i'}$ d'un angle Φ, d) Repère orthonormé lié au cristal après une rotation autour de $\vec{\omega'}$ d'un angle ϕ_2

$$q = q_0 + iq_1 + jq_2 + kq_3 \tag{1.3}$$

Avec $i^2 = j^2 = k^2 = -1$ et $ij = -ji = k$, $jk = -kj = i$, $ki = -ik = j$. Pour représenter une orientation des quaternions unitaires seront utilisés, c'est-à-dire que leur norme vaut 1. Les quaternions peuvent alors être définis à partir d'un angle ω et d'un axe de vecteur unitaire (c_1, c_2, c_3) par l'équation 1.4

$$q = \cos\left(\frac{\omega}{2}\right) + \sin\left(\frac{\omega}{2}\right)(c_1 i + c_2 j + c_3 k) \tag{1.4}$$

Il est possible avec certaines conventions de passer d'une représentation d'angle d'Euler en quaternion et inversement [25]. Par exemple, la conversion d'angle d'Euler (en radians) en quaternion est expliquée en équation 1.6 pour un triplet (ϕ_1,Φ,ϕ_2).

Simplifions l'expression en définissant σ, δ, c et s tel que :

$$\sigma = \frac{1}{2}(\phi_1 + \phi_2)\,; \delta = \frac{1}{2}(\phi_1 - \phi_2)\,; c = \cos\frac{\Phi}{2}; s = \sin\frac{\Phi}{2}. \tag{1.5}$$

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Enfin :

$$q = (\cos\sigma, -s\cos\delta, -s\sin\delta, -c\sin\sigma) \tag{1.6}$$

Si $\cos\sigma$ est négatif alors q=-q.

La multiplication de deux quaternions $p(p_0, \mathbf{p})$ et $q(q_0, \mathbf{q})$ se définit comme :

$$pq = (p_0q_0 - \mathbf{pq}, q_0\mathbf{p} + p_0\mathbf{q} + \mathbf{p} \times \mathbf{q}) \tag{1.7}$$

La multiplication n'est pas commutative. En utilisant cette multiplication des quaternions, un quaternion $p(p_0, \mathbf{p})$ représente une rotation d'un vecteur **r** avec :

$$L_p(\mathbf{r}) = (p_0^2 - \|\boldsymbol{p}\|^2)r + 2(\boldsymbol{p}.\mathbf{r})\boldsymbol{p} + 2p_0(\boldsymbol{p} \times \mathbf{r}) \tag{1.8}$$

Cette rotation est une rotation active. Le conjugué de p quant à lui représente une rotation passive.

Analyse des cartogaphies d'orientation

Une fois les orientations obtenues, une cartographie d'orientation cristalline peut être construite. Une cartographie d'orientation associe chaque pixel à une orientation. Ainsi se pose la question de comment visualiser une orientation sur un pixel. Par exemple, il est possible d'associer une couleur pour chaque rotation des angles d'euler et obtenir les cartographies comme en figure 1.7.

Plusieurs couleurs peuvent représenter une même orientation pour une telle cartographie. Pour éviter ce phénomène, d'autres représentations, appelées IPF pour Inverse Pole Figure, sont privilégiées. Ces cartographies IPF sont définies selon l'une des trois directions principales du repère du microscope (IPF X, IPF Y ou IPF Z) et attribuent un code couleur de type RGB aux pixels selon la direction cristallographique qui sera parallèle à la direction choisie. Ainsi il est possible de reconstruire des cartographies d'orientation cristalline comme celle observée en figure 1.8. Afin d'avoir une représentation des orientations complètes, des IPFs suivant deux directions au minimum doivent être affichées.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

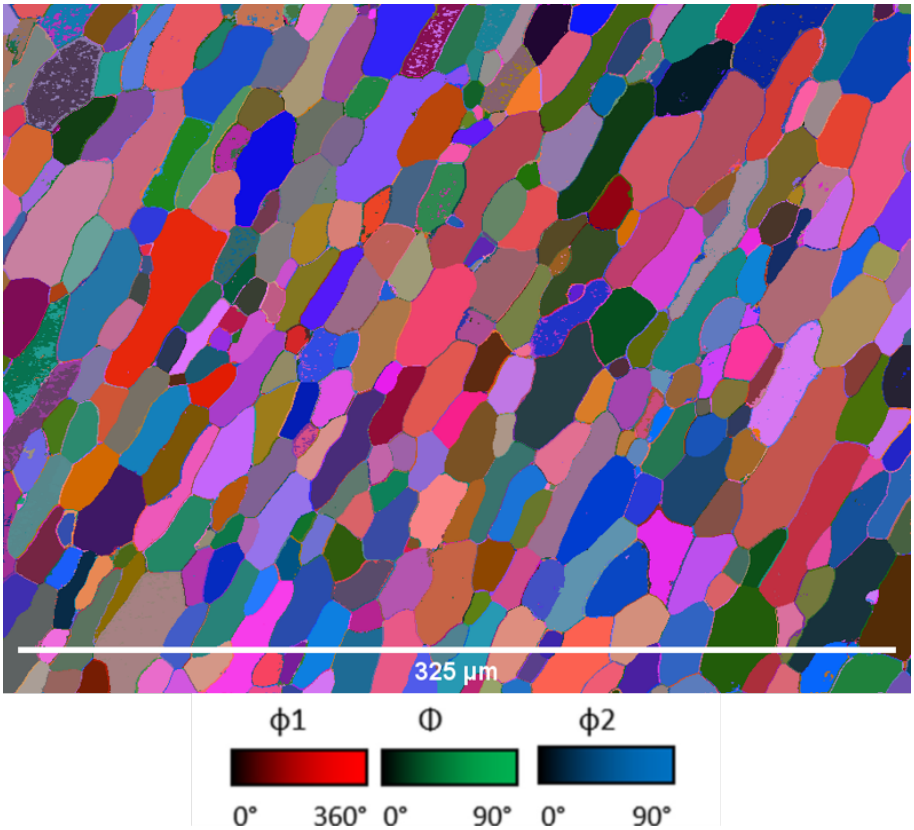

FIGURE 1.7 – Cartographie d'orientation d'un alliage d'aluminium Al6082 (acquis par la méthode eCHORD) représentée par les angles d'euler avec son code couleur.

1.2.2 Méthodes courantes pour obtenir des cartographies d'orientation cristalline

Différentes techniques permettent d'obtenir des cartographies d'orientations en utilisant la microscopie électronique en transmission et à balayage.

Microscope électronique en transmission (MET), la méthode ASTAR : Automated Crystal Orientation Mapping (ACOM-MET)

Le MET exploite les informations des électrons transmis, c'est-à-dire les électrons traversant l'échantillon. Pour cela, les électrons incidents ont une énergie entre 80 et 300kV [24] [8]. De plus, il est nécessaire d'étudier des échantillons préparés sous forme de lames minces pour que des électrons traversent l'échantillon.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

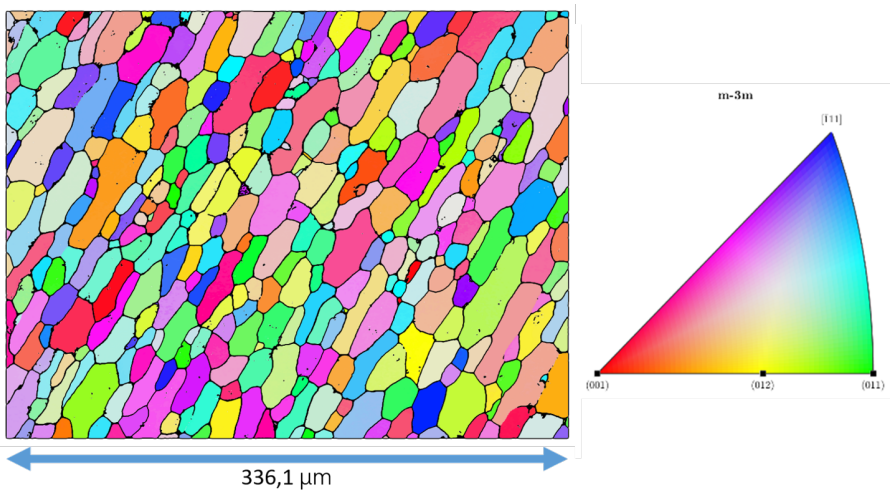

FIGURE 1.8 – Cartographie d'orientation d'un alliage d'aluminium Al6082 (acquis par la méthode eCHORD) représentée par un IPF Z.

Les cartographies, exploitant les électrons transmis en MET, sont construites avec la méthode ASTAR-ACOM [22]. La surface de la zone d'intérêt est scannée en fléchissant le faisceau incident via des déflectrices controlées par un appareil externe. Pour chaque point, un motif de diffraction est obtenu comme représenté en figure 1.9. Une caméra CCD récolte ces motifs de diffractions. Ensuite, des motifs de diffraction sont simulés pour différentes orientations cristallines. Une base de données théoriques est construite avec les motifs simulés. Enfin, chaque motif expérimental est comparé aux motifs de la base de données par corrélation croisée pour construire une cartographie d'orientations. La résolution spatiale atteinte par cette technique est de l'ordre du nanomètre. La résolution angulaire est autour de 1° mais elle dépend du pas angulaire choisi pour échantillonner l'espace des orientations dans la base de données.

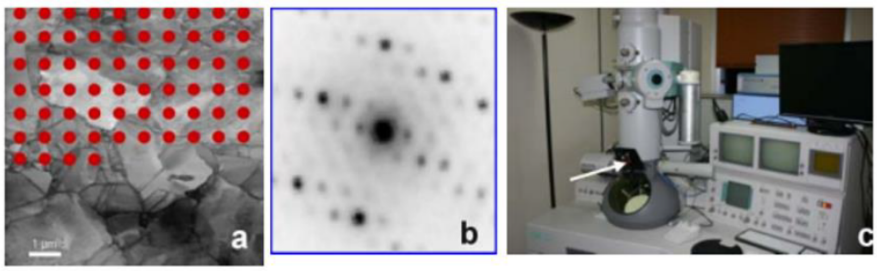

FIGURE 1.9 – Principe de fonctionnement de la technique ASTAR a) Echantillonnage de la surface de l'échantillon, b) motif de diffraction reçu pour un point c) caméra CCD figures issues de [23]

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

EBSD

La diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) est une méthode basée sur la diffraction des électrons du faisceau incident, au MEB, afin de former des cartographies d'orientation cristalline.

Les électrons du faisceau incident, avec une énergie habituellement entre 15 et 30kV sont diffusés dans l'échantillon dans toutes les directions en dessous du point d'impact de la sonde électronique sur la surface. Des électrons se retrouvent en conditions de Bragg avec les familles de plans. Ainsi, des phénomènes de diffraction ont lieu sur chaque famille de plans. Or, ces diffractions forment des cônes de diffraction sortant de l'échantillon, de par la loi de Bragg. Ces cônes ont un rayon assez grand pour confondre leur intersection avec un écran par des lignes. Ainsi, la diffraction d'un plan forme deux lignes (lignes de Kikuchi) sur un écran, donnant lieu à des motifs de Kikuchi comme en figure 1.10.a. La position et l'orientation de ces bandes sont caractéristiques de l'orientation cristalline [26]. Toutes ces bandes de Kikuchi forment alors un cliché de diffraction.

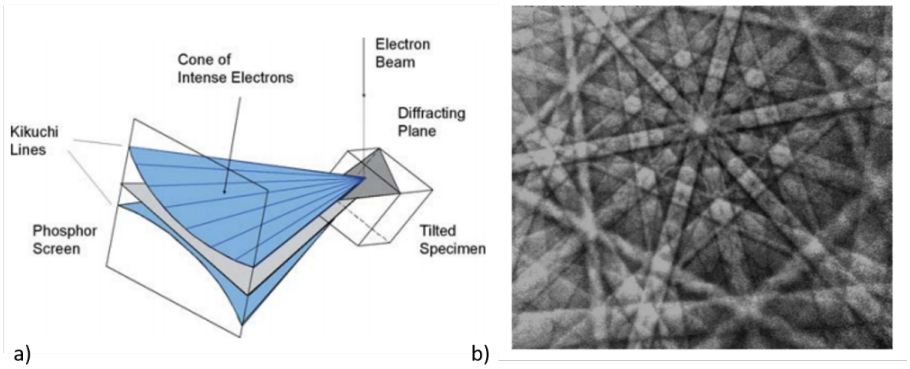

FIGURE 1.10 – a) Cônes de diffraction issues de la diffraction d'électrons sur un plan intercepté par l'écran phosphorescent d'un détecteur EBSD, b) Cliché de diffraction de cadmium pour un faisceau incident de 20kV, issues de [26].

Les échantillons sont inclinés à 70° pour maximiser le nombre d'électrons rétrodiffusés recueillis. Ces bandes sont recueillies par une caméra spécifique composée d'un écran phosphorescent, de lentilles optiques et d'un capteur CCD ou CMOS. Un autre type de caméra émerge : la caméra EBSD à détection directe. En effet, avec l'écran phosphorescent et le dispositif CCD, les électrons sont convertis en photons puis reconvertis en électrons. Les caméras à détection directe utilisent des dispositifs semiconducteurs spécifiques, permettant de récolter directement les électrons (hybrid pixel detectors) [30]. Leur détecteur est composé de pixels. Sur un pixel, un nuage de charges est généré lorsqu'une

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

particule entre en contact avec le détecteur. La quantité de charge formée est proportionnelle à l'énergie de la particule. Il est alors possible d'obtenir des clichés de diffraction directement avec ce détecteur (figure 1.11). Ce détecteur a l'avantage d'être plus rapide qu'un détecteur indirect. Il peut également être placé directement sous la colonne électronique. Avec la caméra placée ainsi, l'échantillon n'a pas besoin d'être incliné [31], mais le détecteur reçoit moins de signal. Ce type de caméra n'est pas encore commercialisé.

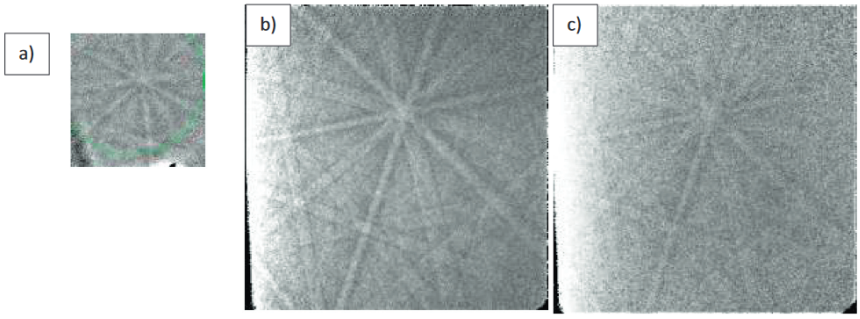

FIGURE 1.11 – Cliché de diffraction à l'échelle de leur taille 110x110 et 256x256 en pixel obtenu a) Détecteur EBSD conventionnel 16 ms binning 4x4, b) Détecteur direct 25 ms, c) Détecteur direct 5ms [30].

Pour revenir aux clichés de diffraction, les électrons ayant perdu une grande énergie forment le fond d'un cliché de diffraction. Des corrections sont appliquées pour réduire l'effet de ce fond. Etant donné que le centre peut apparaître plus clair, la moyenne des fonds sur les pixels observés est soustraite aux clichés de diffraction.

Les clichés de diffraction sont ensuite indexés pour connaître les orientations des plans cristallins [1]. Lors de l'indexation, les bandes sont détectées en traitement d'image par des transformations de Hough [10]. Des indices de qualité d'indexation sont déduits de l'amplitude des pics obtenus dans l'espace de Hough. Les angles formés par les bandes sont finalement calculés puis sont ensuite comparés à des valeurs théoriques. Ainsi, chaque bande sera associée à un plan cristallin pour déduire finalement les orientations cristallines. La résolution angulaire est comprise entre 0,1° et 1°. La résolution spatiale atteignable est de quelques centaines de nanomètres.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Principe de la discrimination de phase avec EBSD

Les motifs de Kikuchi sont indexés pour obtenir l'orientation cristaline mais peuvent également discriminer des phases. En effet, les motifs obtenus sont différents suivant la structure cristallographique de la phase, pour une orientation donnée [7]. Ainsi, la technique EBSD permet de discriminer des phases à condition de connaître les structures cristallographiques présentes. Les structures cristallographiques doivent aussi être suffisamment différentes dans les phases. Cette dernière limite sera abordée plus en détail dans la sous-section 3.3.1.

Pour discriminer des phases, la technique EBSD peut alors être couplée à une autre technique d'analyse au MEB : spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) [20]. Le détecteur EDS analyse les rayons X émis lors de l'interaction du faisceau d'électrons avec l'échantillon. L'analyse du spectre d'énergie de ces rayons X émis permet d'identifier les éléments chimiques présents dans la phase. La géométrie d'acquisition en EBSD n'est pas optimisée pour une acquisition EDS. En effet peu de signal sera reçu par le détecteur EDS.

Transmission Kikuchi Diffraction (TKD)

Pour obtenir des cartographies d'orientations cristallines au MEB il est également possible d'utiliser la technique TKD. La technique de cartographie d'orientation en mode transmission est une technique d'analyse adaptée pour la caractérisation de matériaux nanocristallins [28]. Elle est similaire à l'EBSD sur plusieurs aspects mais elle nécessite une préparation sous forme de lame mince, habituellement un échantillon préparé pour le MET. Ce sont les électrons transmis qui sont observés dans le cas de la transmission de Kikuchi[8]. L'échantillon n'a plus besoin d'être fortement incliné contrairement à l'EBSD. Cette technique est utilisée à très forte tension d'accélération des électrons, 30kV pour maximiser le nombre d'électrons transmis. Une meilleure résolution spatiale est obtenue avec la technique TKD avec environ 5 nm de résolution grâce à la réduction du volume d'interaction comme montré en figure 1.12.

Limites et perspectives

La méthode EBSD implique d'incliner fortement l'échantillon et l'utilisation d'un détecteur spécifique dans un MEB. La précision angulaire de cette méthode varie entre 0.1° et 1°. En ce qui concerne la

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

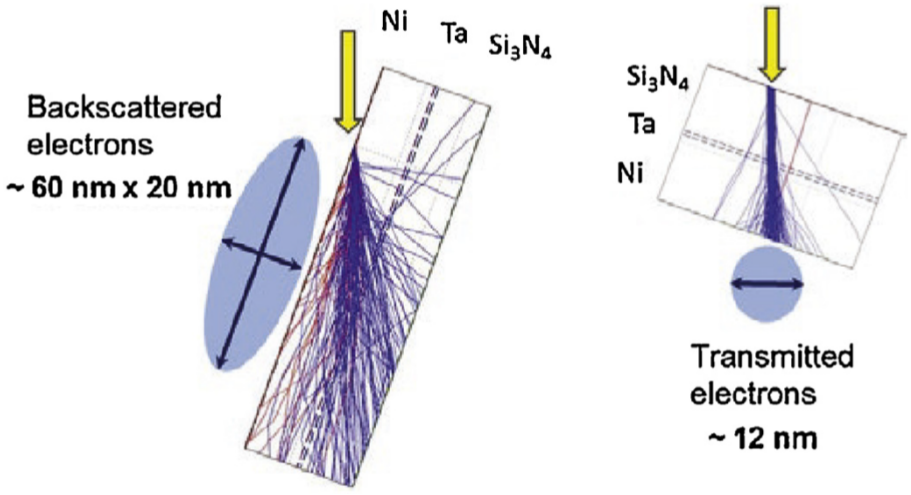

FIGURE 1.12 – Simulation Monte-Carlo de la poire d'interaction pour un même echantillon a) Poire d'interaction avec la géométrie d'acquisition EBSD b) poire d'interacion avec la géométrie d'acquisition TKD. Figure issue de [28].

résolution spatiale, elle est dégradée par l'asymétrie de la poire d'interaction, due à l'inclinaison de 70°. La résolution spatiale atteignable est donc de quelques centaines de nanomètres et dépend du numéro atomique de l'élément observé et de la tension d'accélération [29]. Pour caractériser des structures plus fines, les électrons transmis peuvent être utilisés, dans le cas d'un échantillon sous forme de lame mince. Le champ de vue des techniques exploitant les électrons transmis est limité, les régions observées sont généralement de quelques μm. Pour caractériser un échantillon avec des structures de tailles différentes, cela implique l'utilisation de différents outils (MEB, MET), avec différentes méthodes de préparation pour l'échantillon.

L'émergence de méthodes d'acquisition se basant sur le contraste de canalisation permet de s'affranchir de l'utilisation d'une caméra dédiée aux cartographies d'orientation et permet également de travailler avec un faible angle d'inclinaison. En effet Y.Yahiro et al.(2004)[33] évoquent un lien entre des variations de contraste observées en imagerie ionique avec les orientations cristallines. La prochaine section décrit une méthode exploitant les contrastes de canalisation.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

1.3 L'approche CHORD

Cette section introduit la méthode electron CHanneling ORientation Determination (eCHORD), développée au laboratoire Matéis, pour obtenir des cartographies d'orientation. L'approche eCHORD exploite le contraste de canalisation d'électrons pour construire des cartographies d'orientations. Elle a d'abord été développée en 2015 en utilisant le contraste de canalisation des ions dans des images ioniques obtenues en Focused Ion Beam (FIB)[17]. La méthode a ensuite été adaptée pour une source d'électrons en 2018 [13].

1.3.1 Historique

Contraste de canalisation des ions

L'objectif était d'exploiter les contrastes de canalisation ionique dans un premier temps afin de remonter aux orientations cristallines. Cette canalisation peut être modélisée avec un modèle particulaire. L'effet de canalisation est plus ou moins prononcé selon que la trajectoire des ions est parallèle ou non aux plans cristallins de faible indice de Miller (figure 1.13 a). Si la trajectoire des ions incidents est paralèlle aux plans cristallins de bas indice alors les ions interagissent profondément dans le matériau. En comparaison, dans le cas de la figure 1.13 b, la diffusion se produit vers la surface de l'échantillon, la probabilité de collision étant plus grande avec les particules incidentes et celles du cristal, due à l'angle d'incidence du faisceau. Dans ce cas, il y a plus d'électrons ressortant de l'échantillon et captés par le détecteur. Cela donne une intensité plus élevée pour l'observateur car le signal recueilli est plus important. Or, une image ne suffit pas à identifier les orientations des grains, puisque des grains peuvent avoir une canalisation identique et des orientations différentes.

Lors de l'observation d'un monocristal de fer, des variations d'intensités ont été enregistrées, par Y. Yahiro et al.[33], en faisant varier l'angle d'inclinaison de l'échantillon (figure 1.14). Il en résulte que les profils d'intensités obtenus sont caractéristiques de l'orientation cristalline. L'objectif par la suite était d'observer des intensités en faisant varier l'angle formé par le faisceau incident et les plans cristallins, pour les électrons secondaires recueillis. En faisant cela, une variation d'intensité est observée et cette variation est représentative de l'orientation cristalline.

Il est alors possible de remonter à des orientations cristallines à partir de contrastes ioniques, sans ajout de caméra spécifique. C'est cette idée qui est à la base de la méthode de ion CHanneling

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

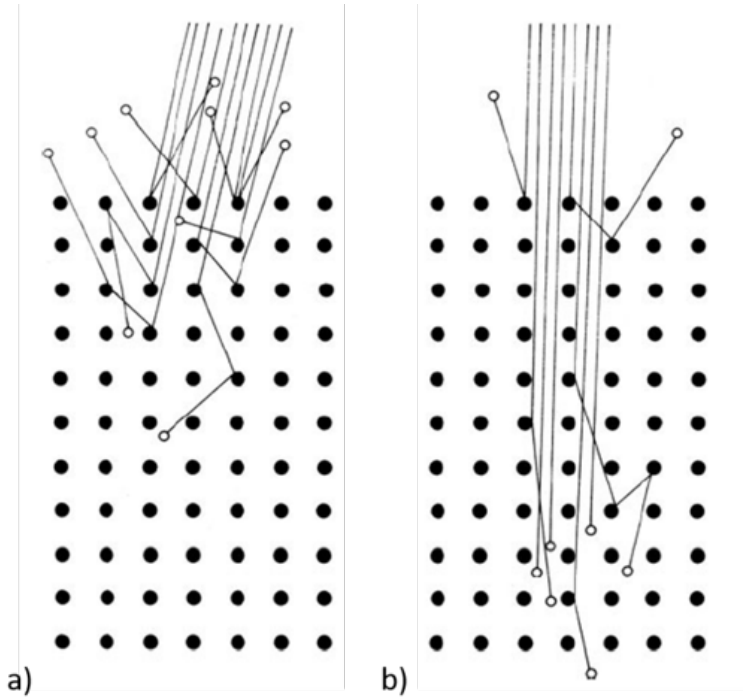

FIGURE 1.13 – Principe de l'effet de canalisation avec a) des conditions de canalisations où les particules du faisceau incident vont majoritairement pénétrer dans l'échantillon plus profondément que dans les conditions b) avec un angle d'incidence différent, figure issue de [11].

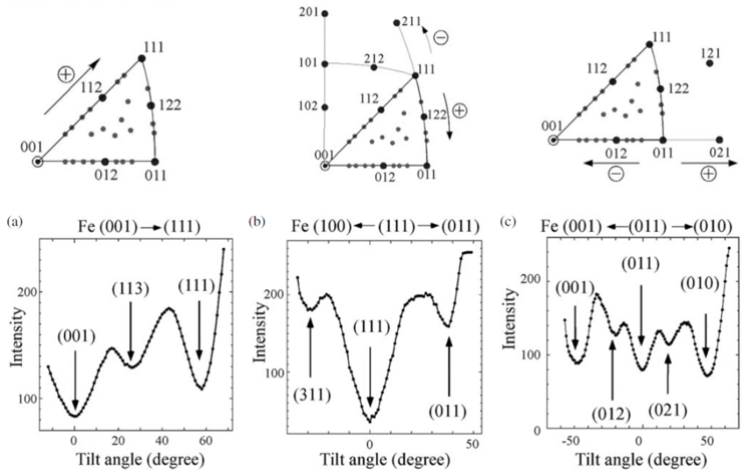

FIGURE 1.14 – Profil d'intensité en fonction de l'angle d'inclinaison sur un monocristal de fer, figure issue de [33]

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

ORientation Determination (iCHORD).

Protocole d'acquisition

Pour obtenir des profils d'intensités, la solution retenue pour iCHORD est d'incliner l'échantillon avant de le mettre en rotation autour de sa normale figure 1.15.a. Les premières inclinaisons expérimentales étaient de 40°. Cette solution a été adoptée afin d'obtenir un profil unique et représentatif d'une orientation cristalline.

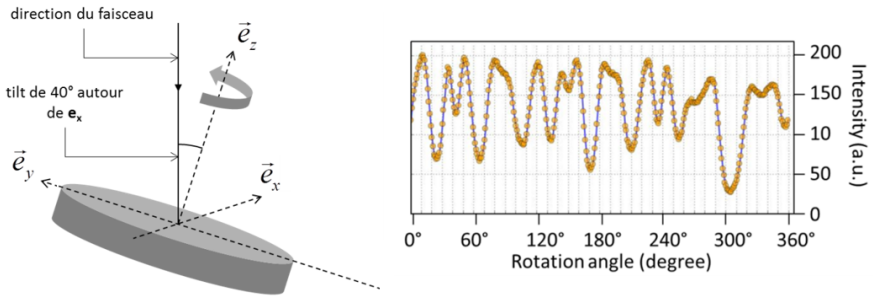

FIGURE 1.15 – Schéma de l'acquisition iCHORD à droite, l'échantillon incliné en gris est mis en rotation. Exemple de profil d'intensité obtenu en un pixel, dans les conditions du schéma, d'un échantillon TiN, ions Ga+/30kV (figure issue de HDR Langlois)

En effet si on considère seulement les profils d'intensité obtenus en faisant varier l'angle d'inclinaison de l'échantillon autour de l'axe X, alors un profil est susceptible de représenter deux orientations cristallines différentes. L'inclinaison de l'échantillon se fait autour de X. Si on se place dans le référentiel de l'échantillon, de ce point de vue c'est le faisceau qui tourne autour de X en restant dans le plan (yOz) figure 1.16. Or, d'apres la projection stéréographique, parcourir les différentes inclinaisons du faisceau (ou de l'échantillon) revient à suivre un chemin d'orientations cristallographiques le long d'un trait vertical représenté en pointillé sur la figure 1.17. Lorsque ce parcours est comparé à celui sur une projection stéréographique de l'orientation symétrique par rapport au plan (yOz) figure 1.17.b, on s'aperçoit que le profil d'intensité est identique pour ces deux orientations. Alors qu'en parcourant un cercle, également tracé en pointillé, les profils sont différents. Pour suivre ce cercle, il convient d'incliner l'échantillon et de lui faire subir une rotation autour de la normale à sa surface. C'est donc cette géométrie d'acquisition qui a été retenue pour iCHORD.

Ensuite pour garder la zone d'intérêt sous le faisceau ionique durant la rotation, une surplatine est

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

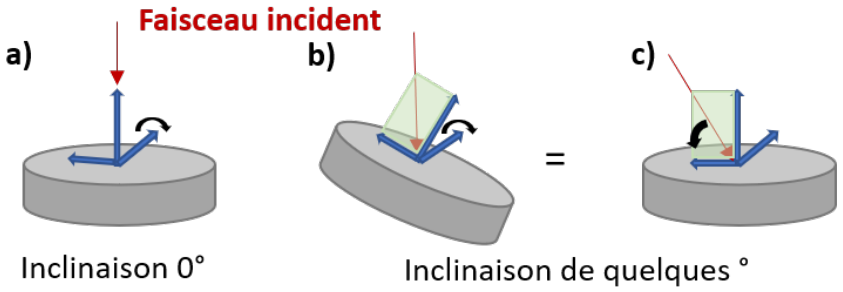

FIGURE 1.16 – a) Echantillon non incliné b) Echantillon incliné avec un point de vue fixe par rapport au faisceau donc au repère du microscope c) point de vue repère échantillon fixe le faisceau reste dans le plan (yOz) du schéma

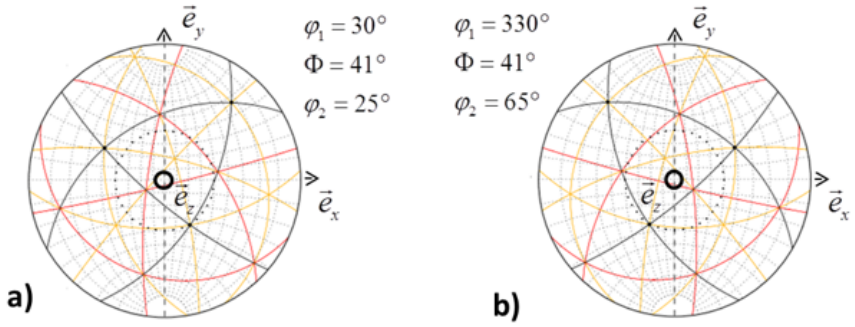

FIGURE 1.17 – Projection stéréographique d'un cristal cubique pour deux orientations symétriques par rapport au plan vertical (yOz) en traits pointillés, au cours du tilt autour de x, figure issue HDR Langlois

utilisée figure 1.18. La surplatine possède deux translations (X et Y) placées au-dessus d'un étage de rotation. Il suffit alors de placer le centre de rotation de cette surplatine sous le faisceau incident. Ainsi lors de la rotation, la zone d'intérêt est toujours située sous le faisceau. Les translations permettent ensuite de choisir la zone d'intérêt à observer en l'amenant sous le faisceau.

Lors de la rotation, l'intensité des grains observée varie, ce qui est dû au contraste de canalisation (figure 1.19). Des images sont alors enregistrées à chaque pas de rotation. Un pas de 1° signifie qu'une image est acquise pour chaque degré de rotation. Cette acquisition est automatisée. En sortie d'acquisition, pour un pas de 1°, 360 images sont acquises et composent une série d'images. Ces images sont alors traitées. Les traitements consistent à aligner les images entre elles et les débruiter. Ces traitements sont détaillés dans C. Langlois et al.[17]. Cela permet pour la suite, de tracer pour un pixel donné,

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

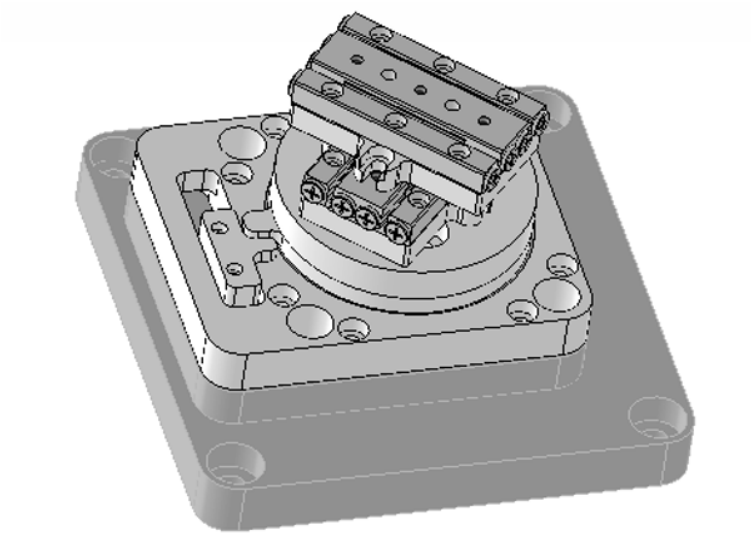

FIGURE 1.18 – Schéma de la surplatine utilisé pour une acquisition iCHORD. Surplatine Smaract possédant deux translations (X et Y au dessus d'un étage de rotation, figure issue HDR Langlois.)

la variation d'intensité en fonction de l'angle de rotation, donnant ainsi un profil d'intensité iCHORD (figure 1.15 b).

Les profils expérimentaux ainsi obtenus sont finalement comparés à des profils simulés pour associer une orientation cristalline à chaque pixel et construire la cartographie d'orientation cristalline correspondant à l'acquisition expérimentale. Cette partie est détaillée en section 1.3.1.

Paramètres expérimentaux

Les deux principaux paramètres lors de l'acquisition sont : l'angle d'inclinaison de l'échantillon et la tension d'accélération.

Pour le choix de l'angle d'inclinaison il est nécessaire qu'un profil soit caractéristique d'une orientation. Or plus l'angle d'inclinaison sera grand, plus le nombre de plans croisés sera important et plus le nombre de pics dans un profil sera grand également. Une grande inclinaison semble alors la meilleure solution. Or une grande inclinaison dégrade également la résolution spatiale et nécessiterait un échantillonnage de la rotation plus fin que 1°. Une inclinaison de 40° permet une bonne indexation des profils iCHORD (comparaison profils théoriques et expérimentaux), en limitant la dégradation de la résolution spatiale.

De même pour le choix de la tension d'accélération un bon compromis entre caractéristique de

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

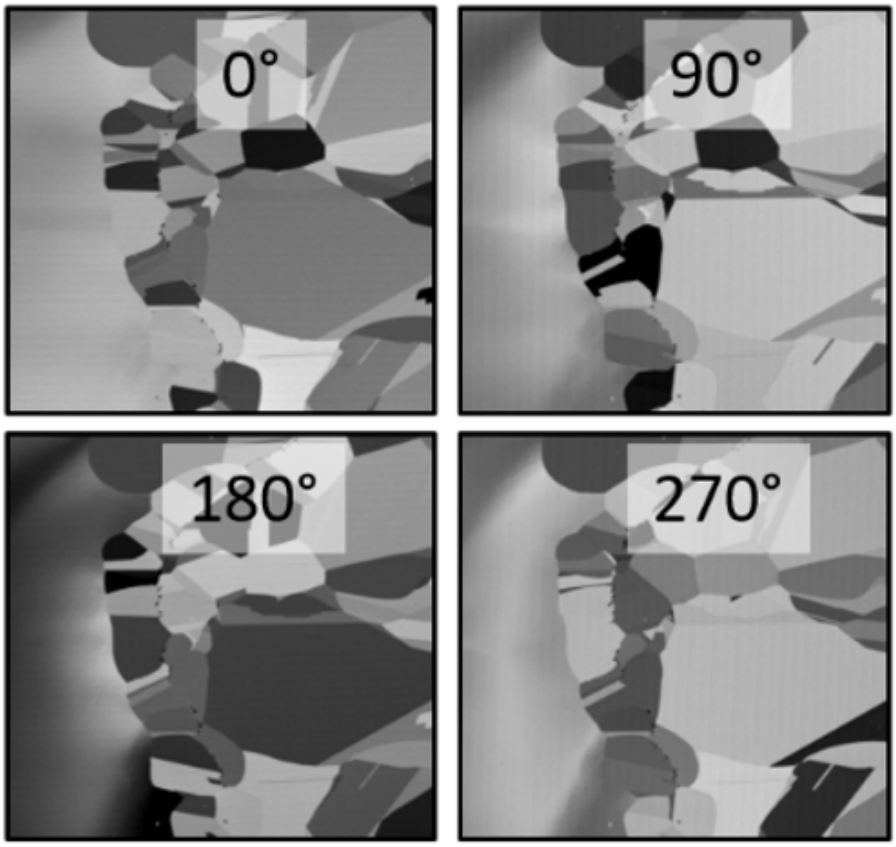

FIGURE 1.19 – 4 images d'un échantillon de Cobalt pour 4 angles de rotation donnés aves des intensités différentes dans les grains, ions Ga+, 30kV, figure issue de [15].

l'orientation cristalline et résolution spatiale est recherché. Augmenter la tension permet de faire ressortir des détails plus fins sur les profils mais détériore la résolution spatiale.

Simulation de profils iCHORD et indexation

Des profils iCHORD sont simulés pour construire une base de données de profils. La simulation se base sur le principe de canalisation des ions, présenté en figure 1.13. Pour une orientation donnée, les positions des atomes du cristal considérés sont déterminées dans une sphère de taille donnée. Les atomes sont représentés en blanc et projetés sur le plan de la surface de l'échantillon en figure 1.20.

Le nombre de pixels blanc sur cette projection donne un aperçu de la canalisation pour une orientation. La profondeur des atomes dans l'échantillon est prise en compte. Le faisceau incident interagit sur une certaine profondeur à cause du volume d'interaction. Une fonction est introduite pour donner

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

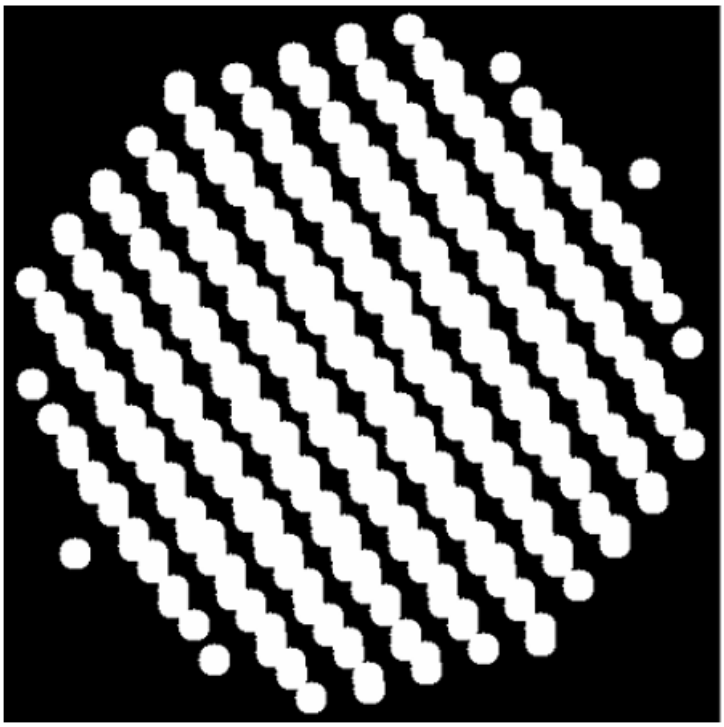

FIGURE 1.20 – Projection des atomes de cuivre contenus dans une sphère sur le plan de la surface. Le cristal est orienté dans ce cas selon les angles d'Euler (20° 30° 40°), figure issue HDR Langlois.

un niveau de gris aux atomes suivant leur profondeur. Plus un atome sera profond, moins il y a de probabilité qu'une particule du faisceau incident interagisse avec lui et moins le niveau de gris associé à cet atome sera grand figure 1.21.

Pour modéliser l'intensité du cristal pour une orientation donnée, les niveaux de gris sont sommés. Pour obtenir le profil correspondant à une orientation du grain dans l'échantillon, les intensités sont simulées pour chaque orientation du cristal lors de la rotation de l'échantillon. Les profils sont enfin normalisés comme les profils expérimentaux, par une norme euclidienne. C'est-à-dire que pour un profil avec n intensités expérimentales (I_1, I_2, ..., I_n), le profil normalisé (i_1, i_2, ..., i_n) est : Quelque soit p dans [1,n].

$$i_p = \frac{I_p}{\sqrt{\sum_{m=1}^{n} {I_m}^2}} \tag{1.9}$$

Les profils simulés normalisés permettent alors de construire une base de données. Pour ce faire des orientations sont choisies au hasard sur l'espace des orientations du cristal choisi. Le nombre d'orien-

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

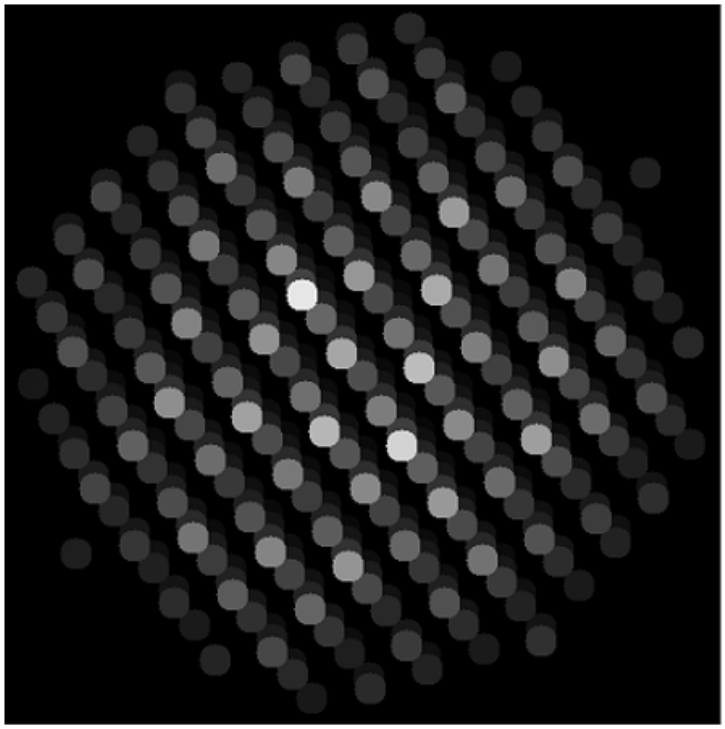

FIGURE 1.21 – Projection des atomes de cuivre contenus dans une sphère sur le plan de la surface. Le cristal est orienté dans ce cas selon les angles d'Euler (20° 30° 40°). La profondeur est prise en compte sur le niveau de gris des atomes, figure issue HDR Langlois

tations, donc de profils, doit être suffisant pour échantillonner l'espace des orientations correctement (figure 1.22). Plus le nombre de points dans la base est élevé, meilleure sera la résolution angulaire.

Les profils expérimentaux et théoriques sont comparés en utilisant un produit scalaire. Le choix de la métrique pour la comparaison des profils s'est fait en prenant la métrique la plus rapide en temps de calcul.

En effet, chaque profil d'intensité est un vecteur dont les coordonnées sont les intensités enregistrées lors de la rotation. La longueur N d'un profil/vecteur correspond au nombre d'images acquises. Pour deux profils $P1$ et $P2$, tels que $P1 = (P1_1, P1_2, ..., P1_N)$ et $P2 = (P2_1, P2_2, ..., P2_N)$, le produit scalaire $Dot(P1, P2)$ est défini comme :

$$Dot(P1, P2) = \sum_{i}^{N} P1_i.P2_i \tag{1.10}$$

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

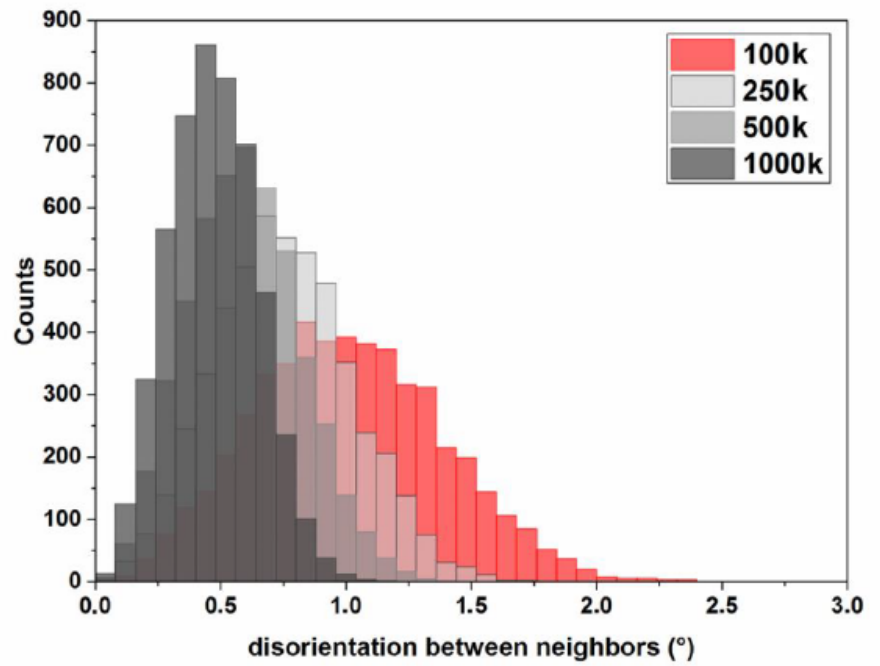

FIGURE 1.22 – Désorientations entre les orientations plus proches entre elles dans des bases de différentes tailles issue de [16], une plus grande base de données implique une meilleure résolution angulaire

La distance D est ensuite définie comme :

$$D(P1, P2) = 1 - Dot(P1, P2) \tag{1.11}$$

Par la suite la métrique de distance euclidienne $Euc(P1, P2)$ est aussi utilisée pour comparer deux profils $P1$ et $P2$ (section 4.1). Elle est définie par :

$$Euc(P1, P2) = \sqrt{\sum_{i}^{N} (P2_i - P1_i)^2} \tag{1.12}$$

On retiendra des valeurs appelées "distances", D, par la suite. Il a été montré par C .Langlois et al. [16] que pour deux orientations qui ont une désorientation inférieure à 5°, leur distance est liée à leur désorientation (figure 1.23). Ce seront des orientations voisines dans la base de données. Pour ces orientations, plus la distance est faible, plus la désorientation sera faible. Ainsi, pour un pixel, associer un profil de la base de données qui possède la plus petite distance avec le profil expérimental

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

du pixel revient à associer l'orientation de la base de données qui possède la plus petite désorientation avec l'orientation du pixel [16]. Alors chaque pixel est associé à l'orientation de la base donnée qui possède la plus petite désorientation par rapport à l'orientation du pixel. Cela permet de construire des cartographies d'orientation.

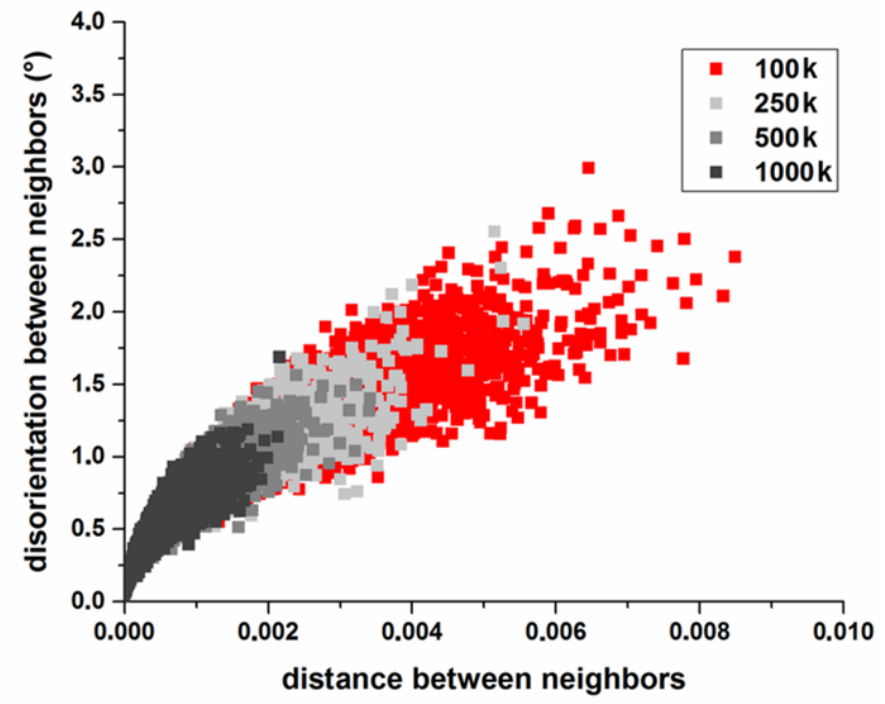

FIGURE 1.23 – Désorientations entre les orientations voisines en fonction de leur distance (1-produit scalaire). Des bases de données d'orientations aléatoires de différentes tailles ont été utilisées. Les désorientations entre voisins pour les plus grandes bases de données sont plus petites. Figure issue de [16].

1.3.2 Passage aux électrons

La méthode iCHORD a ensuite été adaptée aux électrons (eCHORD), afin d'utiliser des microscopes électroniques à balayage, plus accessibles que les microscopes à colonne ionique [13].

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Canalisation des électrons

Cette fois-ci, la méthode se base sur le principe de la canalisation des électrons au MEB. Une approche ondulatoire est nécessaire pour modéliser la canalisation des électrons. Cette approche utilise les ondes de Bloch et la théorie dynamique de la diffraction. La probabilité de canaliser dépend principalement des paramètres de maille et de la loi de Bragg.

$$2d_{hkl}sin\theta_B = \lambda \tag{1.13}$$

Où d_{hkl} est la distance interatomique, θ est l'angle entre le faisceau incident et les plans atomiques et λ la longueur d'onde des électrons. La condition de Bragg est vérifiée lorsque $\theta = \theta_B$. Le rapport $\alpha = \frac{\theta}{\theta_B}$ donne des informations sur les conditions de canalisation. En effet sur la figure 1.24 un monocristal est balayé avec un faisceau en déflexion. Lorsque les conditions de Bragg sont respectées ($\alpha = 1$), les intensités sont au niveau des points A et B [6]. Mais lorsque $\alpha > 1$ les conditions pour la canalisation peuvent être respectées car l'intensité diminue. Enfin lorsque $\alpha < 1$ on trouve les conditions permettant de recueillir le plus de BSE [6]. Tout cela est résumé dans la figure 1.24.

Les motifs de canalisation des électrons (ECP)

Ce contraste de canalisation des électrons est le phénomène à l'origine des motifs de canalisation des électrons (ECP) (Electron Channeling Pattern). Les électrons incidents se diffusent dans le matériau dans toutes les directions. Grâce à l'interaction avec les différents plans, ces électrons diffractent. Le signal reçu sur un détecteur BSE prend en compte la somme des contributions de ces différents plans. Historiquement, le premier ECP a été obtenu en balayant la surface à faible grandissement d'un monocristal [8] (figure 1.25). L'échantillon est balayé par le faisceau incident. Or pour balayer l'échantillon le faisceau est défléchi. A cause de cette déflection, le faisceau incident formera différents angles avec les plans cristallins de l'échantillon lors du balayage. Des conditions de Bragg et de canalisations sont donc respectées pour certaines positions du faisceau et des motifs apparaissent grâce à la canalisation (figure 1.26). En balayant ainsi un monocristal ou un grain suffisamment grand, on obtient un ECP. Les motifs observés sur un ECP sont des bandes de Kikuchi.

Dans le cas exposé ici, l'ECP est l'image obtenue en balayant un échantillon monocristallin. Mais un ECP peut également être considéré comme étant une projection stéréographique, où la position de

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

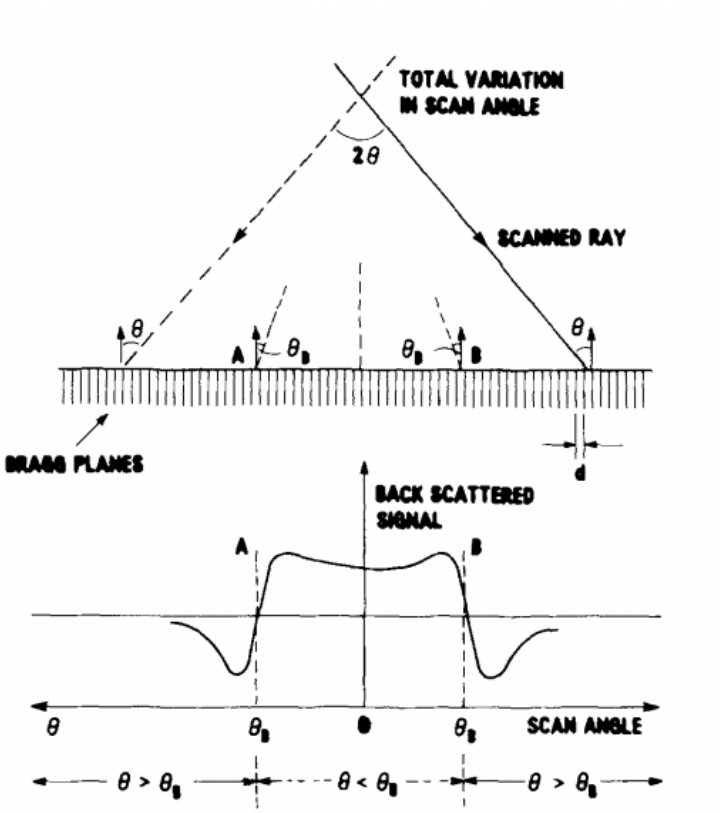

FIGURE 1.24 – Conditions de canalisation en fonction de l'angle entre le faisceau incident et les plans atomiques d'un monocristal. Différents angles sont formés entre le faisceau incident et un plan cristallin donné, parmi ces angles certains sont en conditions de canalisation (quand l'intensité est minimale), en condition de Bragg (points A et B). Les intensités recueillies sur un détecteur BSE sont différentes suivant l'angle θ. Figure issue de [11].

chaque pixel correspond à la position angulaire de l'axe optique situé au centre. Enfin, l'intensité pour un pixel d'un ECP correspond à l'intensité obtenue avec une position du faisceau incident correspondant à la position de ce pixel. Une méthode permet aujourd'hui d'obtenir un ECP de quelques degrés d'ouverture en déviant le faisceau. Elle est intitulée "selected ECP area" [18].

Méthode d'acquisition eCHORD, lien avec les ECP

Pour eCHORD la géométrie d'acquisition est similaire à celle de iCHORD.

Le principe de l'acquisition de la méthode eCHORD (présentée en section 1.3.2 a)) est d'incliner un échantillon d'environ 10° et de le faire tourner d'un tour complet. Le choix d'un angle d'inclinaison autour de 10° a été déterminé afin d'optimiser le nombre de pics sur un profil expérimental, dans

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

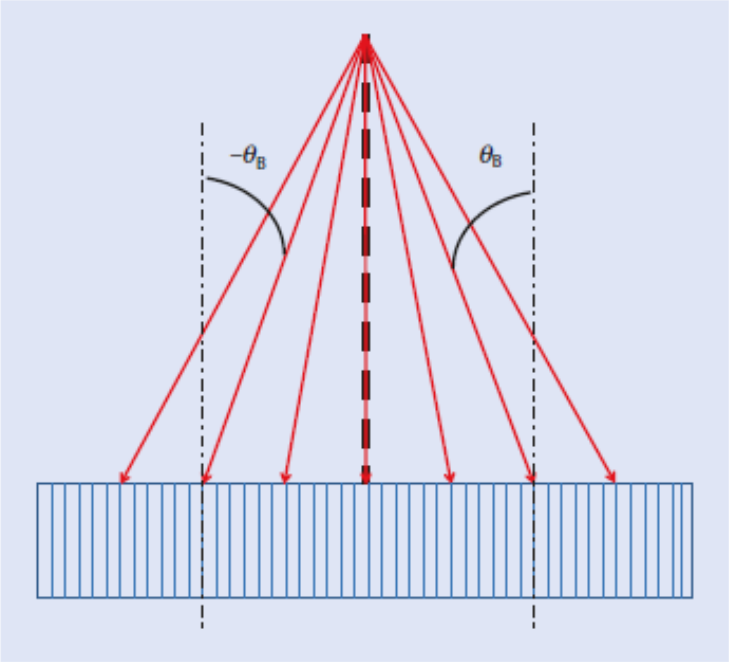

FIGURE 1.25 – A faible grandissement le faisceau dévie pour balayer la surface. Le changement d'angles fait apparaître des motifs de canalisation, figure issue de [8].

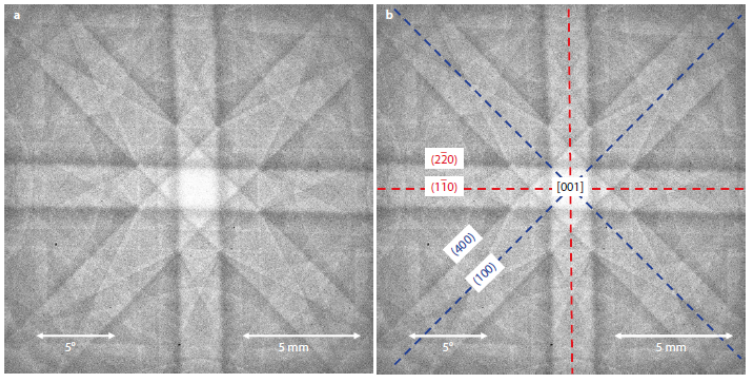

FIGURE 1.26 – ECP expérimental obtenu sur un monocristal de silicium dont la surface est parallèle au plan (001), 15kV, b) les bandes observées correspondent aux plans atomiques comme sur un cliché de diffraction. Figure issue de [8].

l'optique d'indexer ces profils en les comparant à une base de données [15]. En sortie, il y aura toujours des séries d'images, issues des détecteurs BSE. Toujours sur le même principe de iCHORD, grâce à la canalisation des électrons, des variations d'intensités sont observées. Comme dans le cas des ions, les variations d'intensité observées sur un pixel de la série d'images, correspondent aux intensités

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

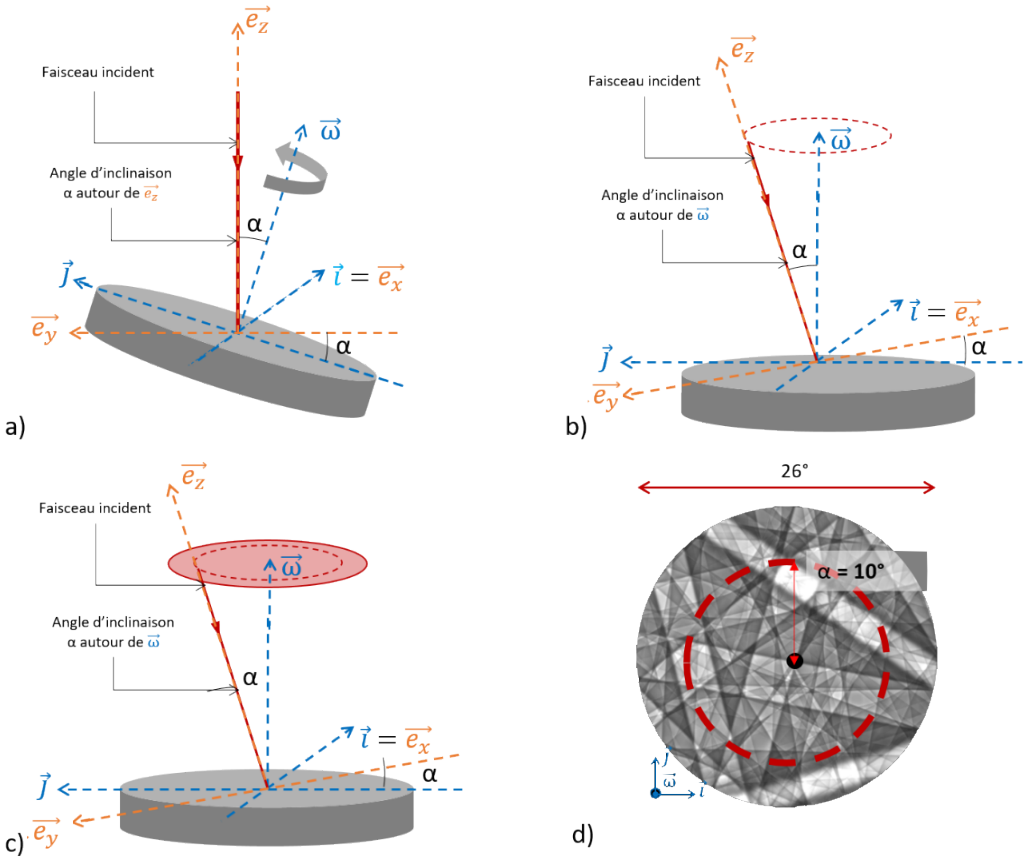

FIGURE 1.27 – Méthode CHORD, a) Géométrie d'acquisition de la méthode CHORD point de vue fixe par rapport au microscope, l'échantillon est incliné et mis en rotation, b) En gardant cette fois le repère de l'échantillon comme repère de référence, le faisceau est incliné et tourne autour de $\vec{\omega}$ en gardant l'angle d'inclinaison, c) Le faisceau dessine un cercle lors de sa rotation d) Ce cercle correspond à celui lu sur un ECP dont le centre a la même orientation que le point de l'échantillon sous le faisceau incident. Figure issue de [14].

parcourues par un cercle sur un ECP section 1.3.2. Cet ECP est centré sur l'orientation du pixel, et le cercle a un rayon qui correspond à l'angle d'inclinaison.

Ainsi, pour chaque pixel, un profil d'intensité peut être tracé (figure 1.3.2). Pour obtenir ces profils la série a été préalablement traitée : alignement des images et débruitage. Les traitements sont détaillés par C .Lafond et al.[13].

Le profil d'intensité lors de l'acquisition eCHORD peut alors être extrait d'ECP simulés. Une base de données de profils théoriques est alors construite à partir de simulations. A chaque profil théorique est associée une orientation. Les profils expérimentaux sont comparés aux profils de la base de données

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

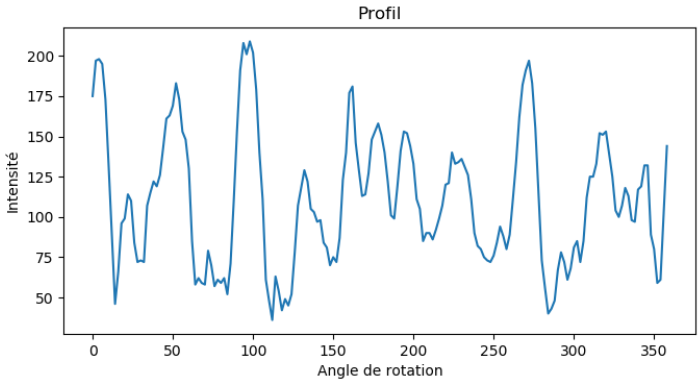

FIGURE 1.28 – Profil d'intensité expérimental eCHORD sur un pixel pour une acquisition eCHORD sur un alliage d'aluminium à 10kV 10°, le profil est caractéristique de l'orientation cristalline.

théoriques, et lorsqu'il y a une correspondance, une orientation est associée au pixel correspondant au profil expérimental. Ainsi en indexant tous les profils expérimentaux, donc tous les pixels d'une série d'images, il est possible de remonter à une cartographie d'orientation.

Simulation d'ECP

Afin de simuler le contraste de canalisation des électrons, une approche dynamique de la diffraction des électrons est utilisée. Ce modèle ondulatoire va calculer la probabilité d'une onde d'être diffusée dans une certaine direction. Le faisceau incident est assimilé à des ondes de Bloch dont la fonction d'onde est décrite en équation 1.14 [21].

$$\psi\left(r\right) = \sum_{j} \alpha^{(j)} C^{(j)}\left(r\right) e^{2\pi i k^{(j)} r} \tag{1.14}$$

Avec C les coefficients d'onde de Bloch, α l'amplitude d'excitation et k le vecteur d'onde.

Afin de déterminer la probabilité de cette onde à être diffusée, la fonction d'onde est insérée dans l'équation de Schrödinger pour décrire la diffusion. La probabilité d'une onde de diffuser est alors $\psi\psi^*$. ψ^* étant le conjugué de ψ.

Pour eCHORD les simulations d'ECP sont réalisés à l'aide des codes EMsoft développés par M. De

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Graef [27].

Repères et convention EMsoft

Les codes EMsoft définissent le repère de l'échantillon différemment de eCHORD. Cette section définit les différents repères utilisés et leurs liens pour pouvoir définir des orientations avec les mêmes conventions que celles présentées pour des résultats EBSD. De plus, cela permet également de détailler le lien entre une acquisition CHORD et les ECP simulés de façon à définir le point de départ de la rotation sur l'ECP ainsi que le sens de rotation.

On va pouvoir distinguer plusieurs repères lors d'une acquisition CHORD ou EBSD. Le repère lié à l'échantillon et le repère lié au cristal ont déjà été évoqués afin de définir une orientation cristalline (sous-section 1.2.1). Afin de mieux appréhender les résultats en sortie d'une indexation CHORD, il faut distinguer ces différents repères visibles en figure 1.4 (voir section 1.2.1).

Le repère de l'échantillon :

Le repère de l'échantillon est un repère orthonormé attaché à la platine goniométrique sur laquelle est fixé l'échantillon. Pour CHORD l'axe $\vec{i}$ est considéré comme l'axe d'inclinaison de l'échantillon est enfin l'axe $\vec{\omega}$ pointe vers l'observateur.

Afin de comprendre la géométrie d'acquisition CHORD, le lien entre les profils CHORD et les ECP (et profils issus de ces ECP) doit être assimilé. L'objectif ici est donc d'associer le repère de l'échantillon CHORD à celui des ECP. Pour rappel, un profil CHORD correspond aux intensités obtenues en parcourant un cercle sur un ECP, voir section 1.3.2. D'un autre côté, comme défini préalablement, un ECP est une projection stéréographique, mais il peut aussi être relié à une image avec des dimensions spatiales comme avec l'exemple de l'observation d'un monocristal avec un balayage défléchissant le faisceau incident.

Des images peuvent alors être superposées à des ECP comme en figure 1.29. Dans cet exemple, l'échantillon est incliné de $+10°$ par rapport à l'axe $\vec{i}$, dans des conditions semblables à une acquisition CHORD. Le centre de l'ECP correspond quant à lui à l'intensité pour un faisceau incident aligné avec l'axe $\vec{\omega}$ (**??**). L'inclinaison de l'échantillon entraîne une translation de $+10°$ du centre de l'image sur l'ECP suivant l'axe $\vec{j}$. Pour scanner le haut de l'échantillon (indiqué sur le schéma figure 1.30), le faisceau dévie et forme alors un angle α' avec la normale de l'échantillon, où $\alpha' < \alpha$. Ainsi, le haut de l'échantillon qui correspond au bas de l'image se retrouve à une position plus proche du centre de

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

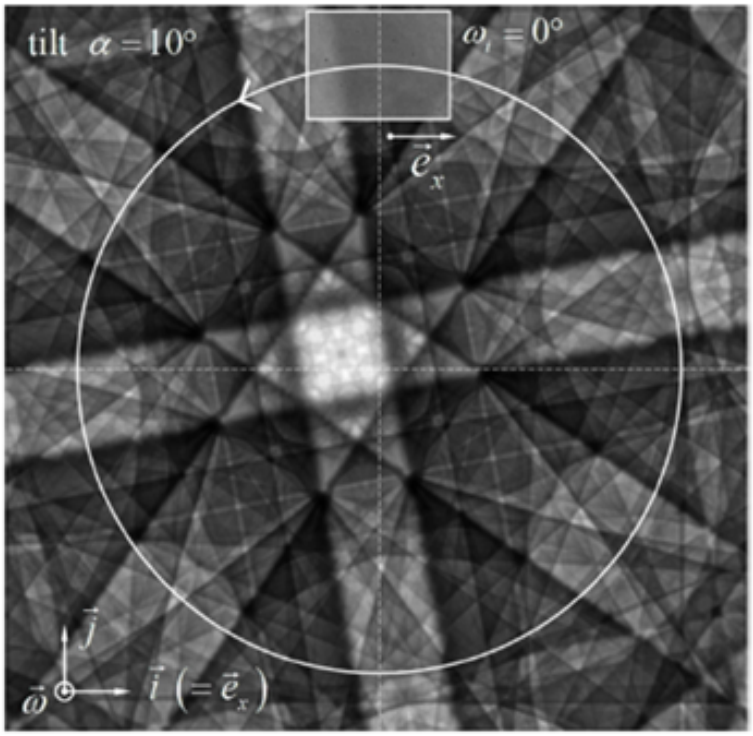

FIGURE 1.29 – Superposition d'une image obtenue avec une déviation de faisceau sur un échantillon incliné de 10° et un ECP correspondant, figure issue du document interne Convention de de Cristallographie

l'ECP puisqu'il possède une position angulaire plus faible.

Néanmoins, lors de l'acquisition de l'image, le balayage commence par le bas de l'échantillon. Ainsi, le repère de l'échantillon se retrouve comme indiqué sur la figure 1.29 sur un ECP. Maintenant l'objectif est d'aligner toutes les images issues d'une série CHORD sur un monocristal par rapport à l'ECP. Le but est de savoir comment parcourir les intensité sur un ECP simulé afin de créer des profils eCHORD simulés.

Lors de l'acquisition CHORD, l'échantillon est mis en rotation autour de $\vec{\omega}$ dans le sens horaire. Cela revient à faire tourner l'ECP dans le sens horaire autour de $\vec{\omega}$ pour avoir les images obtenues à chaque étape de rotation. Cela revient aussi à faire tourner les images dans le sens opposé en gardant l'ECP fixe (voir figure 1.31), ainsi **un profil CHORD correspond aux intensités obtenues en parcourant un cercle sur l'ECP dans le sens anti-horaire.**

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

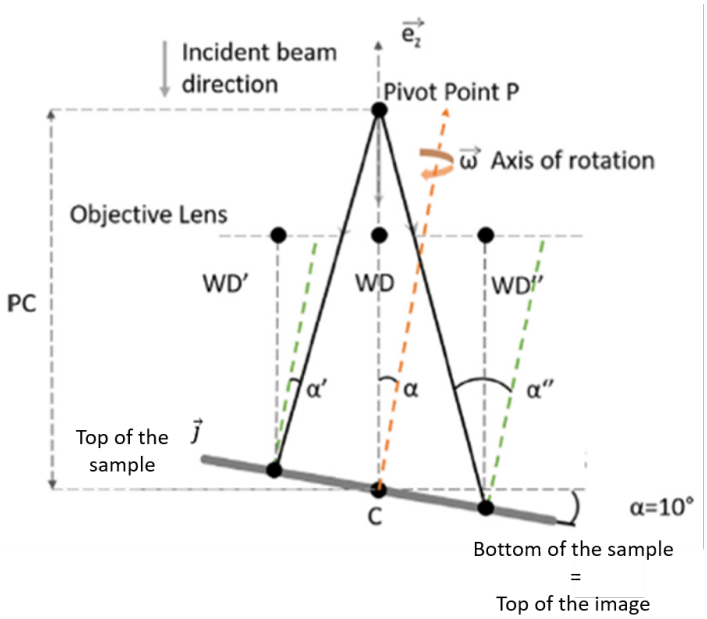

FIGURE 1.30 – Schéma d'acquisition d'une image pour un échantillon inclinée de 10° et en rotation autour d'oméga. Le faisceau subit une déviation inférieure à 10° lors du balayage. (source [12])

Repère du cristal :

Par convention le repère CHORD de l'échantillon et celui d'Aztec (CS1) sont définis de la même façon. Mais le logiciel utilisé pour la construction de base de données (EMsoft) utilise le repère comme présenté en figure 1.32. EMsoft est utilisé pour simuler des ECP afin de récupérer des profils CHORD simulés pour créer des bases de données. Or les ECP générés par EMsoft avec la convention TSL sont tournés de 180° par rapport à $\vec{j}$ par rapport au repère CHORD.

De plus, ce repère, pour les ECP générés par EMsoft, change suivant les conventions utilisées pour créer le repère orthonormé direct lié au cristal. Au lieu de changer le repère orthonormé lié au cristal, le logiciel EMsoft transforme le repère lié à l'échantillon comme indiqué en figure 1.33 et applique, par exemple, une rotation de 90° sur $\vec{z}$ entre les deux conventions si les angles d'Euler sont utilisés.

Il faut retenir que les orientations définies pour CHORD et EBSD seront différentes de celles en sortie du logiciel EMsoft, du fait de la différence des repères liés à l'échantillon, qui ne sont pas définis de la même façon (figure 1.34). Une transformation sur les orientations permettant alors de changer de repère sera nécessaire afin d'exploiter les résultats et orientations données par CHORD qui sont à cette étape celles données par EMsoft.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

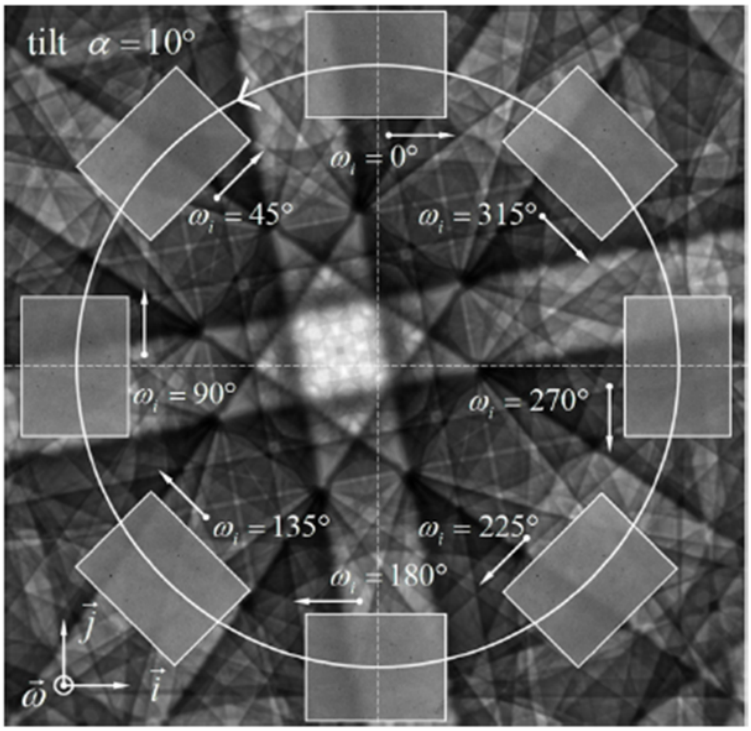

FIGURE 1.31 – Sens de rotation des images sur un ECP lors d'une acquisition eCHORD (Figure issue de document interne Mateis (Langlois).)

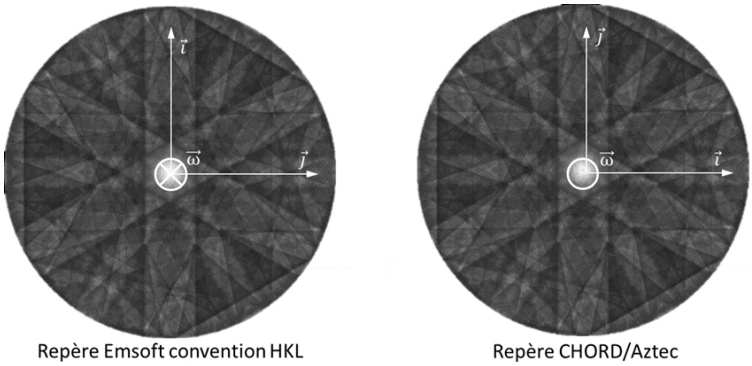

FIGURE 1.32 – Différence entre les repères d'échantillon utilisés par CHORD et par EMsoft pour la construction de base de données. ECP simulés de silicium, avec les codes EMsoft, avec un rayon de 13°

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

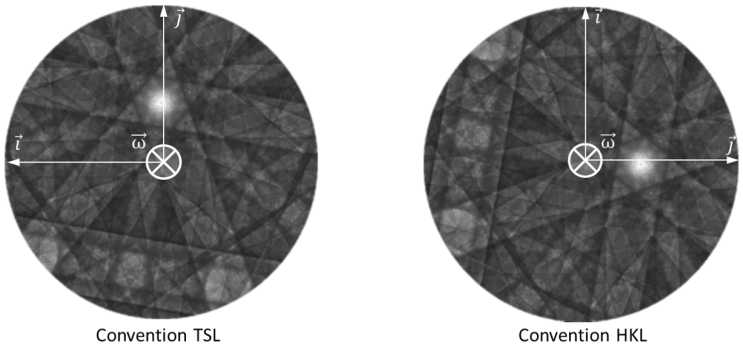

FIGURE 1.33 – Différence entre les repères d'échantillon pour la convention HKL et TSL. ECP simulé avec les codes EMsoft de silicium centré sur (0°,5°,0°) avec un rayon de 13° pour une convention du repère lié au cristal avec la convenion a)TSL et b) HKL

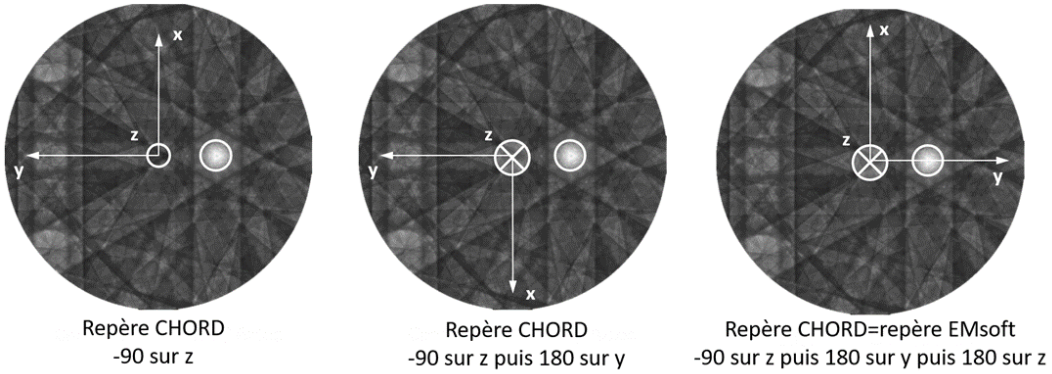

FIGURE 1.34 – Changement de repère CHORD EMsoft, Afin de passer d'un repère CHORD à EMsoft il suffit d'appliquer les trois transformations indiquées. ECP simulés de silicium.

Ce qu'il faut retenir

Le lien entre les profils CHORD et les ECP a été établi en définissant les différents repères utilisés lors d'une acquisition CHORD. Il a aussi été montré que le repère lié à l'échantillon défini pour CHORD était différent de celui utilisé par le logiciel EMsoft entrainant des transformations pour changer de repère et les transformations à appliquer pour changer de repère ont été présentées.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Création de base de données et indexation

Les paramètres à choisir pour simuler les ECP sont :

— Tension d'accélération

— Angle d'inclinaison pour les profils CHORD (angle maximum définissant le rayon de l'ECP)

— Structure cristallographique

— Orientations (Choix du nombre d'orientations pour construire une base de données)

— Ouverture simulant le diaphragme et distance de travail

— Paramètres de Bethe (détaillés ensuite)

Les acquisitions sont réalisées à une tension d'accélération donnée. Changer la tension d'accélération change les intensités obtenues sur les ECP et la largeur des bandes. Dans un premier temps, une simulation Monte-Carlo permet de définir la profondeur d'interaction des électrons incidents, en prenant en compte la structure cristallographique et la tension d'accélération. Pour générer une base de données de profils théoriques, un cliché maître (master) est ensuite généré pour une tension d'accélération donnée et une structure cristallographique donnée. Un master est un ECP pour une orientation de (0,0,0) et un rayon de 90°. Un nombre d'angles d'incidence est défini pour calculer les intensités pour ces angles. Des ECP peuvent ensuite être extraits de ce master (figure 1.35). Les intensités correspondant aux angles d'incidences manquants dans le master sont déduites par interpolation. De plus, toutes les diffusions dans le cristal ne contribuent pas de la même façon à l'intensité recueillie suivant l'approche de Bethe[32]. Il est possible alors de décomposer les faisceaux diffusés en trois catégories : faisceau négligeable, influençant, et très influençant sur la diffraction. Trois paramètres permettent de régler la « sensibilité » des seuils entre les trois catégories. Plus les paramètres de Bethe définis dans [32] seront élevés, plus de plans cristallins et d'interactions dynamiques seront considérées dans les calculs.

Une fois le master obtenu, les orientations pour échantillonner l'espace des orientations sont choisies. Comme pour iCHORD, des orientations aléatoires ont été choisies. Le nombre d'orientations choisies joue un rôle sur la résolution angulaire lors de l'indexation. Ce paramètre est détaillé pour les ions dans C .Langlois et al [16] avec le choix de l'utilisation d'orientations prises aléatoirement. Enfin, les ECP sont extraits du master avec un rayon qui dépend de l'angle d'inclinaison de l'échantillon. Pour chaque orientation préalablement choisie, un profil sur l'ECP simulé est obtenu. La lecture d'un

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

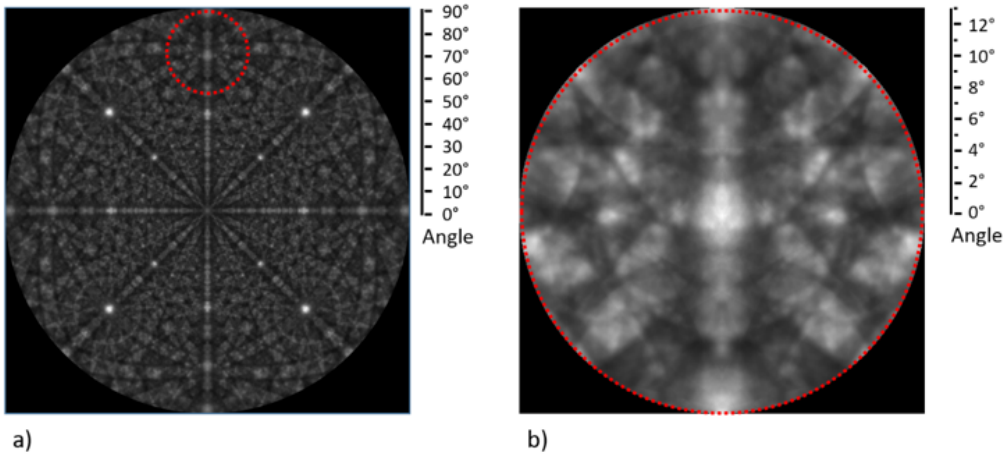

FIGURE 1.35 – a) Master d'un cristal ZrO2 pour 10kV b) ECP extrait de ce master sur la zone en pointillée rouge pour une orientation de (0,75°,0) et un rayon de 13°, figure issue de [15]

profil sur son ECP va prendre en compte le diaphragme du microscope. En effet l'augmentation du diaphragme a un effet semblable à un flou gaussien sur les ECP (dont la loi est en figure 1.36.d), observables en figure 1.36.

Un flou gaussien est alors appliqué sur les ECPs théoriques [15]. Par la suite, l'intensité récupérée en un point de l'ECP est en réalité une moyenne sur un disque de rayon correspondant au semi angle de convergence du faisceau. Enfin le profil est récupéré sur un ECP, cela est réalisé sur des millions d'ECP construisant la base de données.

Finalement, l'indexation s'effectue en réalisant un produit scalaire entre les profils expérimentaux et ceux de la base de données. Le but de cette étape est d'associer un profil de la base de données (donc une orientation) à un profil CHORD obtenu expérimentalement. Le choix de la métrique pour comparer les profils théoriques et expérimentaux est discuté en section 1.3.1.

1.3.3 eCHORD avant le projet CHORDellium

Preuve de concept

Une preuve de concept a été réalisée dans une étude précédente par C.Lafond et al.[13]. Une comparaison des orientations obtenues avec eCHORD et EBSD a été réalisée sur de l'aluminium avec les conditions suivantes : une tension d'accélération de 10kV, l'échantillon incliné de 10°. Une compa-

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

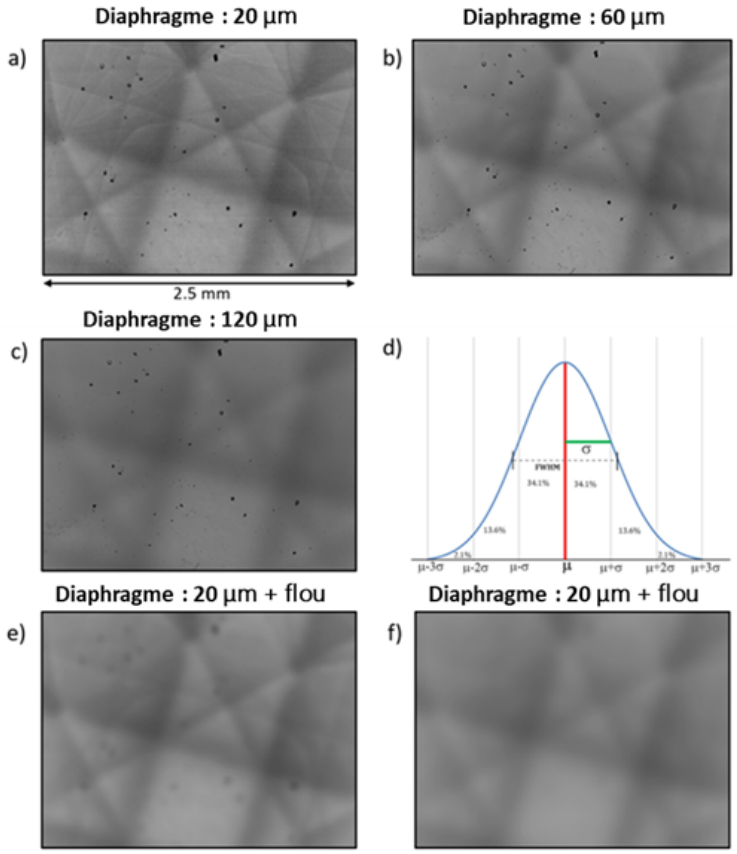

FIGURE 1.36 – ECP expérimental de silicium 30kV avec un diaphragme de a) 20 microns b) 60 microns c) 120 microns d) Gaussienne pour appliquer un flou e) ECP expérimental avec un diaphragme de 20 microns puis flou de 10 pixels en déviation standard f) ECP expérimental avec un diaphragme de 20 microns avec flou de 20 pixels, figure issue de [15].

raison avec les cartographies obtenues par EBSD a été réalisée comme montrée en figure 1.38. Les résultats observés présentent les mêmes orientations dans les grains pour les deux techniques avec de faibles désorientations entre les points homologues, notamment plus forte vers les joints de grains sur cette figure.

Correction de la déflection du faisceau

Lors de l'observation d'un large champ, pour des cartographies avec un champ de vue supérieur à 1mm, le balayage se fait en défléchissant le faisceau. Le faisceau n'est plus parallèle à l'axe z du repère

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

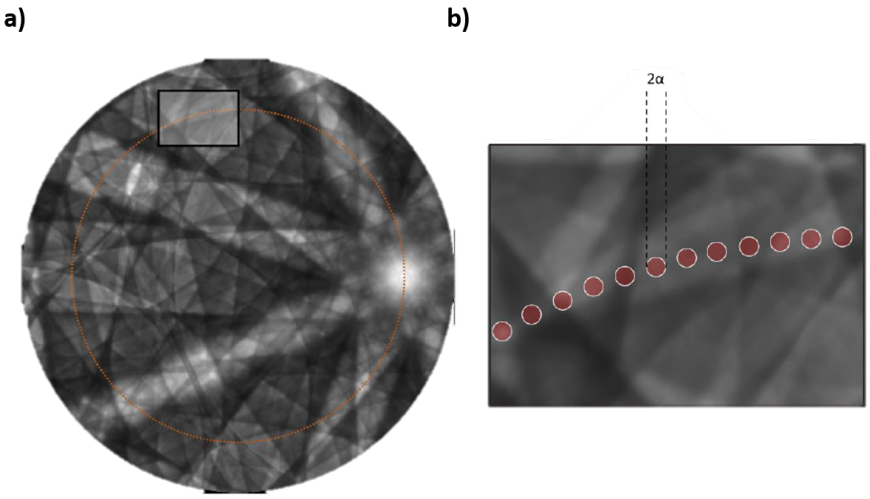

FIGURE 1.37 – a) ECP théorique d'aluminium à 10kV avec une trajectoire en rouge correspondant à une acquisition eCHORD pour 10° d'inclinaison, b) Disques sur lesquels sont appliqués le flou gaussien pour un angle de convergence de 0,3°. Figure issue de [15].

microscope mais forme un angle, non négligeable, avec celui-ci dépendant de la position du faisceau sur l'échantillon, comme imagé en figure 1.25, pour un monocristal. Cette déflection n'est pas prise en compte dans la simulation des profils théoriques et peut induire après indexation des désorientations sur les cartographies d'orientations. Par exemple, sur un monocristal de silicium, une désorientation apparaît lorsque le faisceau balaye les bords de l'échantillon (figure 1.39).

Une correction a été proposée par C .Lafond et al.[15] pour prendre en compte ce phénomène. Une matrice de rotation a été construite pour corriger ces désorientations. Elle prend en compte les positions X et Y de l'image et la position du point pivot de la déflection dans la lentille objectif. Entre chaque pixel la déviation du faisceau est de 0,01°. L'angle de déviation pour un pixel est finalement sur X : 0,01° de même sur Y : 0,01°. Ensuite une matrice de rotation corrige la désorientation sur X et une autre corrige la désorientation sur Y en fonction des coordonnées des pixels traités. Après application de la correction la cartographie d'orientation en angle d'Euler apparaît plus fidèle à l'orientation attendue pour le monocristal caractérisé. (figure 1.40). Des sauts de couleurs sont observables sur la cartographie d'Euler avant l'application des corrections. Ces sauts proviennent du blocage de Cardan, puisque le deuxième angle d'Euler est proche de 0 (section 1.2.1).

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

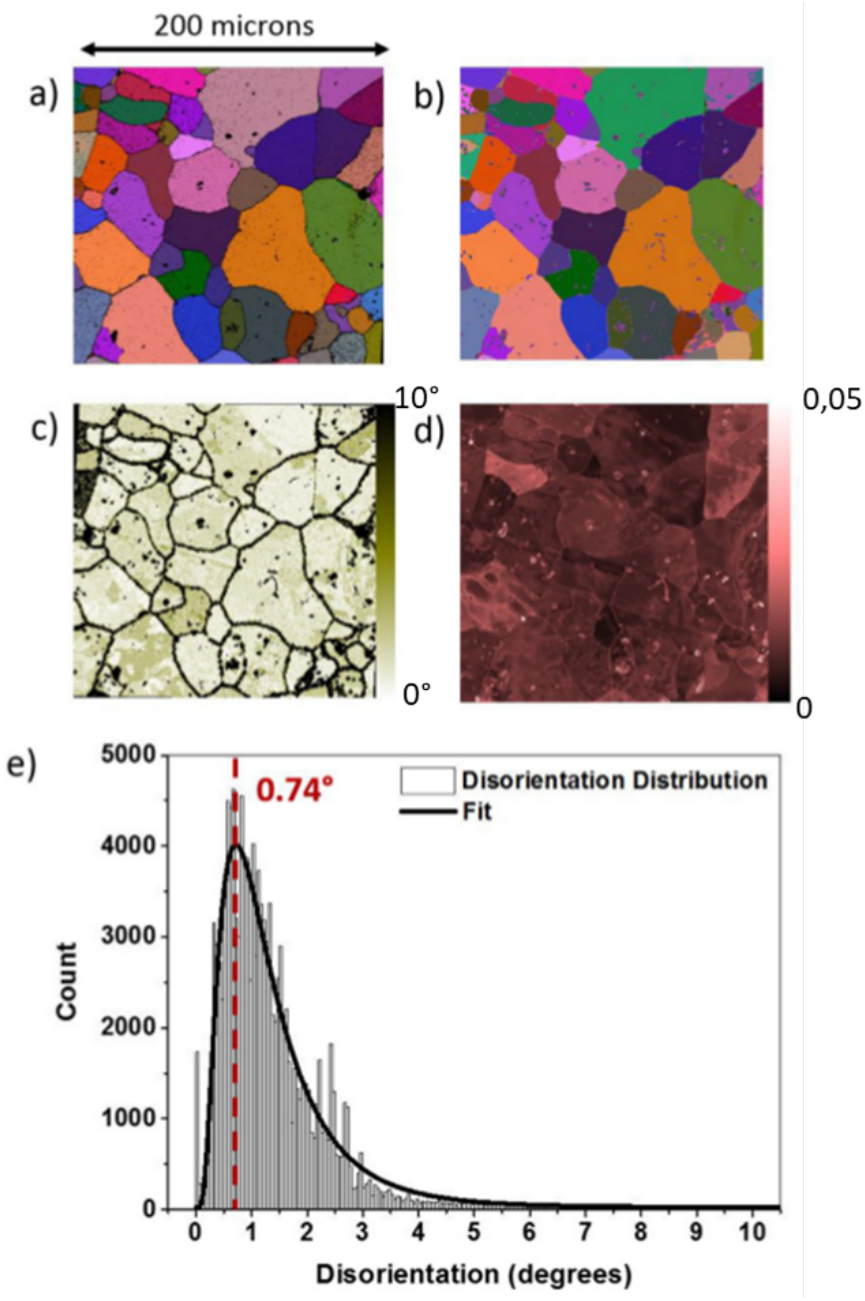

FIGURE 1.38 – a) Cartographie CHORD, b) Cartographie EBSD, c) Cartographie de désorientation entre CHORD et EBSD, d) Distance CHORD "D", e) Histogramme de désorientation entre CHORD et EBSD, figure issue de [15]

eCHORD en basse tension (< à 1kV)

La possibilité de réaliser des cartographies d'orientation à 1kV avec eCHORD a été démontrée [14]. L'objectif ici était d'obtenir une bonne résolution spatiale ou même la caractérisation de matériau

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

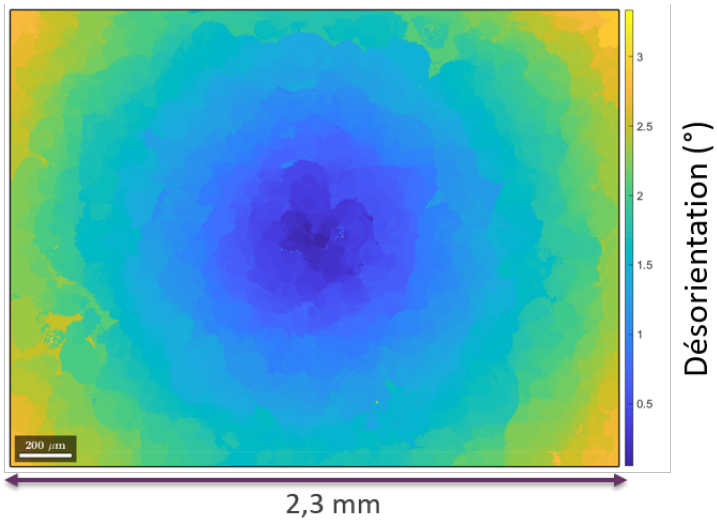

FIGURE 1.39 – Cartographie de désorientation d'un monocristal de silicium à partir des orientations trouvées par eCHORD et de l'orientation attendu, identique en chaque pixel. Un gradient de désorientation apparaît lorsque l'on se rapproche des bords de la région d'intérêt

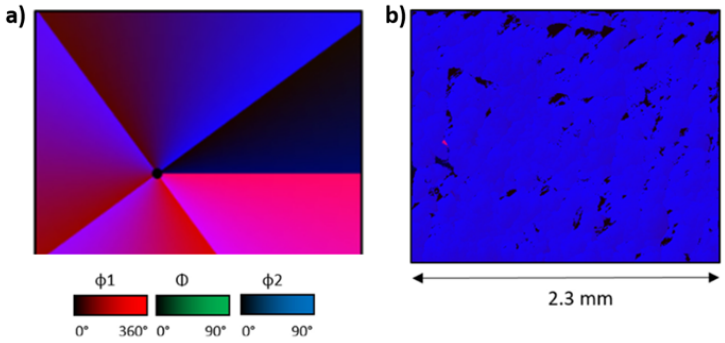

FIGURE 1.40 – a) Cartographie d'orientation en angle d'Euler du monocristal de silicum avant correction sur les orientations b) Cartographie d'orientation en angle d'Euler du monocristal de silicium après correction sur les orientations, figures issues de [15]

non conducteur. L'étude a été réalisée sur de l'alumine (figure 1.41) et les résultats obtenus ont été comparés avec ceux obtenus par EBSD, réalisé à 15kV dans des conditions standards.

La diminution du volume d'interaction, due à la faible tension, rend possible la caractérisation de structure nanométrique sans avoir recours aux techniques TKD ou à un MET.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

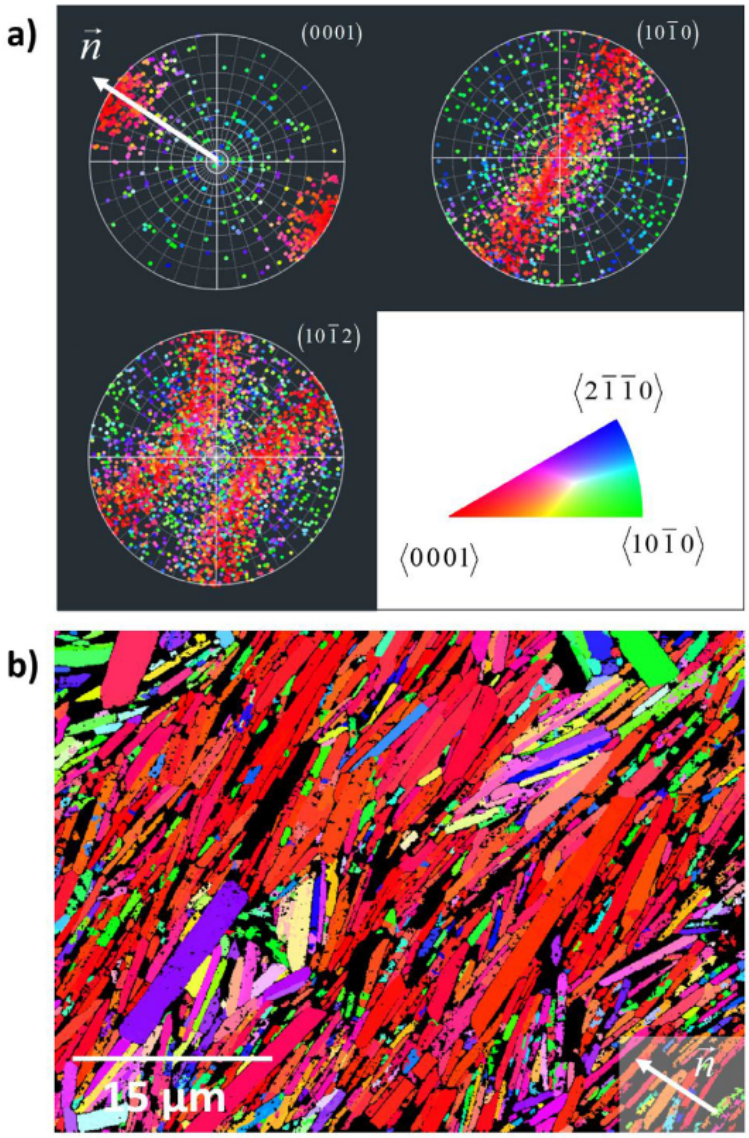

FIGURE 1.41 – Résultat des orientations trouvées avec le méthode eCHORD pour une tension de 1kV sur de l'alumine a) Figures de pôle montrant une texture b) Carte IPF suivant la direction n, les régions en noir ne sont pas retenues dans les données de sortie car ce sont ceux ayant la plus mauvaise correspondance entre profils théoriques et expérimentaux lors de l'indexation, figures issues de [14]

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Ce qu'il faut retenir

La microstructure des alliages d'aluminium conditionne leurs propriétés, et il convient de bien la caractériser. Pour ce faire, au MEB, la technique la plus répandue est l'EBSD qui fournit des cartographies d'orientation. L'approche eCHORD est une technique émergente se basant sur la canalisation des électrons pour obtenir des cartographies d'orientations. Elle nécessite un échantillon massif qui est incliné et mis en rotation dans un MEB. Les variations d'intensités observées permettent ensuite de remonter aux orientations avec des comparaisons de profils d'une base de données, construite avec les conditions de l'acquisition.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Bibliographie

[1] Thierry BAUDIN. Analyse ebsd principe et cartographies d'orientations. *Techniques de l'ingénieur Essais métallographiques des métaux et alliages*, base documentaire : TIB343DUO.(ref. article : m4138), 2010. fre.

[2] Thierry BAUDIN. Analyse ebsd déformation et recristallisation des matériaux métalliques. *Techniques de l'ingénieur Essais métallographiques des métaux et alliages*, base documentaire : TIB343DUO.(ref. article : m4139), 2011. fre.

[3] Roger Develay. *Traitements Thermiques des Alliages D'Aluminium*. Ed. Techniques Ingénieur, 1986.

[4] Claude ESLING. Texture et anisotropie des matériaux polycristallins propriétés des matériaux texturés. *Techniques de l'ingénieur Étude et propriétés des métaux*, base documentaire : TIP551WEB.(ref. article : m3042), 2017. fre.

[5] Claude Esling and Hans Joachim Bunge. Texture et anisotropie des matériaux polycristallins - Définitions et techniques expérimentales. *Techniques de l'ingénieur Étude et propriétés des métaux*, page 35, 2012.

[6] L.A. Giannuzzi and J.R. Michael. Comparison of Channeling Contrast between Ion and Electron Images. *Microscopy and Microanalysis*, 19(2) :344–349, April 2013.

[7] R.P. Goehner and J.R. Michael. Phase identification in a scanning electron microscope using backscattered electron Kikuchi patterns. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 101(3) :301, May 1996.

[8] Joseph I. Goldstein, Dale E. Newbury, Joseph R. Michael, Nicholas W.M. Ritchie, John Henry J. Scott, and David C. Joy. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer New York, New York, NY, 2018.

[9] John E. Hatch, Aluminum Association, and American Society for Metals, editors. *Aluminum : properties and physical metallurgy*. American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1984.

[10] P V.C. Hough. Method and means for recognizing complex patterns, 12 1962.

[11] David C. Joy, Dale E. Newbury, and David L. Davidson. Electron channeling patterns in the scanning electron microscope. *Journal of Applied Physics*, 53(8) :R81–R122, August 1982.

[12] C. Lafond, T. Douillard, S. Cazottes, M. De Graef, P. Steyer, and C. Langlois. Towards large scale orientation mapping using the eCHORD method. *Ultramicroscopy*, 208 :112854, January 2020.

[13] C. Lafond, T. Douillard, S. Cazottes, P. Steyer, and C. Langlois. Electron CHanneling ORientation Determination (eCHORD) : An original approach to crystalline orientation mapping. *Ultramicroscopy*, 186 :146–149, March 2018.

[14] C. Lafond, T. Douillard, H. Saad, S. Deville, S. Meille, Ph. Steyer, S. Cazottes, and C. Langlois. eCHORD orientation mapping of bio-inspired alumina down to 1 kV. *Materialia*, 20 :101207, December 2021.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

[15] Clément Lafond. *Cartographie d'orientations cristallines à partir du contraste de canalisation en microscopie électronique à balayage*. Thèse de doctorat, INSA Lyon, Villeurbanne, February 2020.

[16] C. Langlois, T. Douillard, S. Dubail, C. Lafond, S. Cazottes, J. Silvent, A. Delobbe, and P. Steyer. Angular resolution expected from iCHORD orientation maps through a revisited ion channeling model. *Ultramicroscopy*, 202 :68–75, July 2019.

[17] C. Langlois, T. Douillard, H. Yuan, N.P. Blanchard, A. Descamps-Mandine, B. Van de Moortèle, C. Rigotti, and T. Epicier. Crystal orientation mapping via ion channeling : An alternative to EBSD. *Ultramicroscopy*, 157 :65–72, October 2015.

[18] Michael Charles Madden. *Electron channeling patterns from elastically and plastically deformed crystals*. Ph.d., University of Florida, 1982.

[19] G. Nolze and R. Hielscher. Orientations – perfectly colored. *Journal of Applied Crystallography*, 49(5) :1786–1802, October 2016.

[20] M. M. Nowell and S. I. Wright. Phase differentiation via combined EBSD and XEDS : PHASE DIFFERENTIATION VIA COMBINED EBSD AND XEDS. *Journal of Microscopy*, 213(3) :296–305, February 2004.

[21] Y.N. Picard, M. Liu, J. Lammatao, R. Kamaladasa, and M. De Graef. Theory of dynamical electron channeling contrast images of near-surface crystal defects. *Ultramicroscopy*, 146 :71–78, November 2014.

[22] Edgar F. Rauch, Joaquin Portillo, Stavros Nicolopoulos, Daniel Bultreys, Sergei Rouvimov, and Peter Moeck. Automated nanocrystal orientation and phase mapping in the transmission electron microscope on the basis of precession electron diffraction. *Zeitschrift für Kristallographie*, 225(2-3) :103–109, March 2010.

[23] E.F. Rauch and M. Véron. Automated crystal orientation and phase mapping in TEM. *Materials Characterization*, 98 :1–9, December 2014.

[24] Ludwig Reimer and Peter W Hawkes. *Transmission Electron Microscopy : Physics of Image Formation and Microanalysis*. Springer Berlin / Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2013. OCLC : 1066196647.

[25] D Rowenhorst, A D Rollett, G S Rohrer, M Groeber, M Jackson, P J Konijnenberg, and M De Graef. Consistent representations of and conversions between 3D rotations. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 23(8) :083501, December 2015.

[26] Adam J. Schwartz, editor. *Electron backscatter diffraction in materials science*. Springer, New York, 2nd ed edition, 2009. OCLC : ocn308158147.

[27] S. Singh and M. De Graef. Orientation sampling for dictionary-based diffraction pattern indexing methods. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 24(8) :085013, November 2016. Publisher : IOP Publishing.

[28] Glenn C. Sneddon, Patrick W. Trimby, and Julie M. Cairney. Transmission Kikuchi diffraction in a scanning electron microscope : A review. *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 110 :1–12, December 2016.

[29] Abhishek Tripathi and Stefan Zaefferer. On the resolution of EBSD across atomic density and accelerating voltage with a particular focus on the light metal magnesium. *Ultramicroscopy*, 207 :112828, December 2019.

[30] S. Vespucci, A. Winkelmann, G. Naresh-Kumar, K. P. Mingard, D. Maneuski, P. R. Edwards, A. P. Day, V. O'Shea, and C. Trager-Cowan. Digital direct electron imaging of energy-filtered electron backscatter diffraction patterns. *Physical Review B*, 92(20) :205301, November 2015.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

[31] Tomáš Vystavěl, Pavel Stejskal, Marek Unčovský, and Chris Stephens. Tilt-free EBSD. *Microscopy and Microanalysis*, 24(S1) :1126–1127, August 2018.

[32] A. Wang and M. De Graef. Modeling dynamical electron scattering with bethe potentials and the scattering matrix. *Ultramicroscopy*, 160 :35–43, 2016.

[33] Y. Yahiro. Crystallographic orientation contrast associated with Ga+ ion channelling for Fe and Cu in focused ion beam method. *Journal of Electron Microscopy*, 53(5) :571–576, October 2004.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 2

Méthodes et Outils

Ce chapitre détaille les différents outils développés et utilisés pendant ce travail de thèse pour eCHORD. Ils permettent la comparaison avec d'autres techniques. Ce chapitre présente, en particulier, la réalisation d'un outil de construction de cartographies d'orientation virtuelles. Le but est de tester les paramètres expérimentaux, ainsi que la robustesse d'indexation de bases de données en termes de différenciation de phases ou de résolutions angulaires et spatiales. De plus, des développements expérimentaux ont été réalisés dans le but de générer des cartographies de type mosaïques. Ces cartographies mosaïques ont pour objectif d'acquérir des cartes multiéchelles, permettant d'avoir une cartographie d'orientation sur une grande zone d'intérêt avec une résolution spatiale correcte.

2.1 Outils pour les cartographies d'orientation

Les cartographies d'orientation obtenues sont analysées et traitées par la suite afin de mettre en évidence les informations microstructurales souhaitées pour les études réalisées. Des logiciels permettent notamment de reconstruire les joints de grains à partir des orientations, d'analyser les désorientations internes ou encore de proposer plusieurs représentations de cartographies d'orientations. Or, pour utiliser ces logiciels, il est nécessaire d'importer les données sur les orientations en renseignant les conventions utilisées et en définissant également les différents repères. Cette section a pour objectif d'expliquer comment les données d'acquisitions CHORD peuvent être importées dans des logiciels d'analyses comme Mtex [1] qui est une librairie de Matlab.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

2.1.1 Logiciel d'analyse et de traitement de cartographie d'orientation

Les données EBSD peuvent être analysées sur les logiciels d'acquisitions (Aztex, EDAX, Brucker, ...). Elles peuvent également être importées sur des logiciels de traitement (Atex [2] ou Mtex [1]). L'importation de ces données nécessite de redéfinir les repères utilisés dans les logiciels de traitements. Afin d'importer les données eCHORD sur les logiciels de traitements, un outil a été développé pour déclarer les repères utilisés et modifier les angles d'Euler. L'importation de données eCHORD s'inspire alors de celles obtenues en EBSD, avec le logiciel Aztec, en respectant les différences notamment sur les repères. L'objectif est de comparer de manière quantitative des cartographies d'orientation obtenues par ces différentes méthodes sur un logiciel de traitement tel que Mtex.

Format des fichiers en sortie d'acquisition EBSD et eCHORD

Pour analyser des données EBSD dans un logiciel comme Mtex, il est possible d'importer les données à partir d'un fichier qui est dans un format appelé "CTF" pour Channel Text File. Un fichier CTF est un fichier contenant des données sous forme de texte. Un en-tête résume les conditions d'acquisitions, puis les orientations sont rangées en colonne avec la phase, les positions de pixels... Un exemple de fichier CTF enregistré à la suite d'une acquisition EBSD est présenté en figure 2.1.

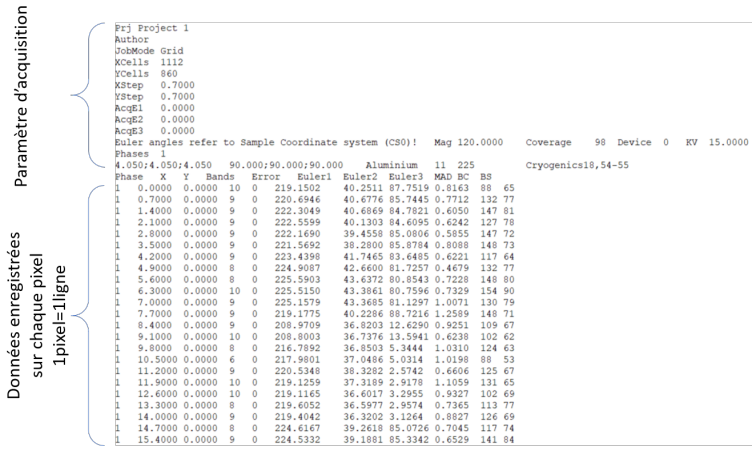

FIGURE 2.1 – Exemple de fichier CTF pour une acquisition EBSD avec dans les 14 premières lignes les informations concernant les conditions d'acquisition, puis les résultats rangés sous forme de colonne.

Mtex lit directement ces fichiers, et reconnaît par défaut que la convention HKL (voir section 1.2.1) est utilisée et que les orientations sont définies comme passives.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Or, pour les acquisitions eCHORD, les données en sortie de logiciel d'indexation sont rangées dans un fichier au format "Hierarchical Data Format" HDF5 [9]. Les fichiers HDF permettent de sauvegarder des données de façon structurées. Un fichier HDF5 est alors composé des données (positions des pixels, phases, orientations, par exemple pour CHORD) réparties dans plusieurs groupes qui peuvent être hiérarchisés. Ce type de fichier peut être modifié en langage python via une librairie : HDF5. Ainsi, il est possible de ressortir les données pour créer un fichier texte, identique à un fichier CTF EBSD, via un code en langage python. Un tel code a donc été écrit durant la thèse pour exporter les données eCHORD, en sortie du logiciel d'indexation, vers un fichier CTF reconnaissable par Mtex.

2.1.2 Importation Mtex

Les repères d'échantillon utilisés

Lors de l'importation du fichier CTF dans Mtex, il faut renseigner plusieurs informations dont un repère de l'échantillon. Les repères de l'échantillon choisis pour Aztec et eCHORD sont les mêmes. Le sens du repère sur les cartographies dans le logiciel Aztec a été renseigné dans Mtex. Pour retrouver les mêmes angles d'Euler que ceux affichés dans Aztec, il faut donc choisir l'axe x vers "ouest" et l'axe y vers "sud" comme le repère sur la figure 2.2a. Ce choix a été vérifié en observant la représentation d'une maille cristalline sur Aztec et Mtex. Or sur la figure 2.2 b, le repère de la cartographie est tournée de 180° autour de Z par rapport au repère qui définit l'orientation. Ceci provient du fait que le balayage commence par le bas de l'échantillon et s'affiche en haut de l'image. Une correction est donc appliquée.

Finalement, les coordonnées des pixels ne sont pas lues de la même façon par Aztec et Mtex. En effet, sans correction, la cartographie est tournée de 180° autour de Y. Une correction est donc appliquée en faisant une rotation de 180° de l'image autour de Y, sans modifier les orientations, comme observé en figure 2.3 sur un échantillon d'Al 6111 possédant une matrice d'aluminium et des phases intermétalliques. Les mailles cristallines gardent la même orientation tandis que les pixels sont replacés au bon endroit.

Maintenant que l'importation dans Mtex de données issues du logiciel Aztec a été maîtrisée, celle des données eCHORD se fait de façon similaire. Le choix du repère sera donc le même ainsi que la

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

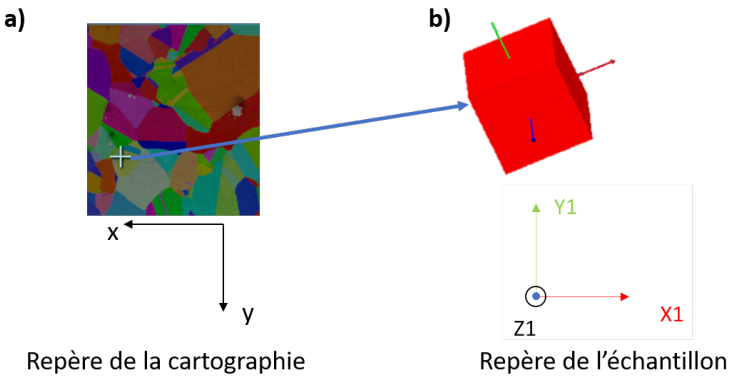

FIGURE 2.2 – a) IPF d'un échantillon de Cobalt avec le repère affiché sur la cartographie par Aztec, b) La maille correspondant au pixel sélectionné par une croix blanche est affichée. Son orientation est définie à partir du repère de l'échantillon affiché en bas. Figure issue de document interne Mateis.

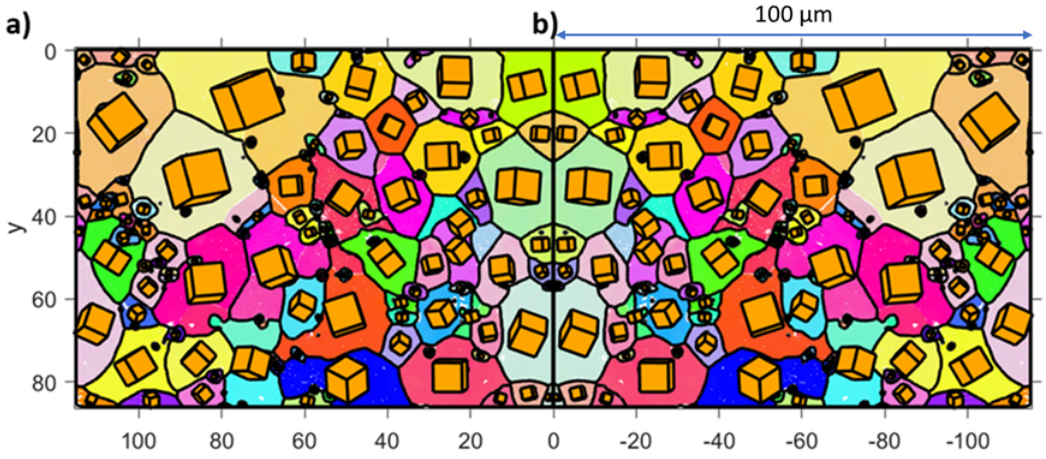

FIGURE 2.3 – Cartographie IPF sur Z construite sur Mtex d'un Al 6111 issue d'une acquisition EBSD à 15kV dans des conditions standards a) sans correction sur l'image b) avec une rotation de 180° autour de Y qui corrige l'effet miroir de l'importation Mtex.

correction pour retourner la carte. En effet, le fichier CTF construit en sortie de logiciel d'indexation CHORD s'inspire d'un fichier CTF EBSD et les informations sont rangées de la même façon. Les orientations dans le fichier texte sont représentées pour CHORD par des quaternions ce qui ne fait aucune différence pour l'importation dans Mtex (il suffit de rentrer les quaternions au lieu des angles d'Euler). Une différence provient du fait que les orientations sont construites à partir d'une convention de maille TSL pour CHORD. Or, il est possible de passer d'une convention TSL EMsoft à HKL en effectuant une rotation de -90° sur Z. En faisant cela, il est possible de retrouver des cartographies IPF pour CHORD

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

et EBSD avec les mêmes couleurs dans les grains comme sur la figure 2.4.

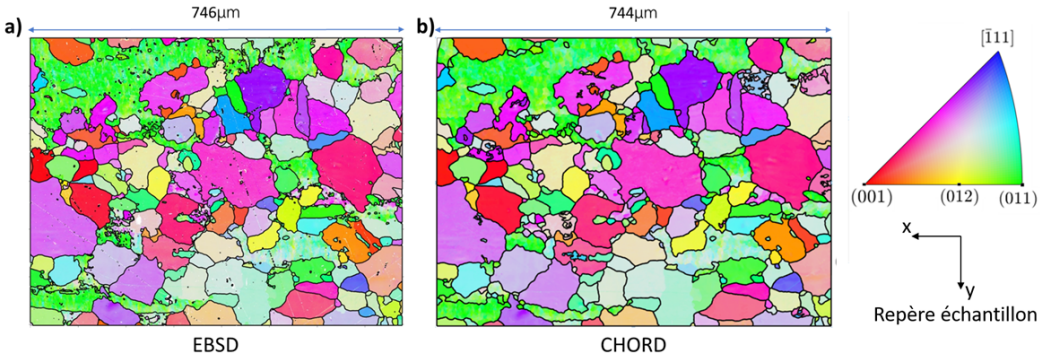

FIGURE 2.4 – Cartographie IPF Z d'un Al 1050 avec les données issues de a) EBSD 15kV conditions standards b) CHORD 10kV, inclinaison 10°, conditions standards

2.1.3 Etalonnage

Opérations de symétrie

Plusieurs points ont été approfondis pour la méthode eCHORD au niveau des opérations sur les orientations, notamment pour analyser des données eCHORD. Afin d'obtenir des cartographies CHORD et EBSD donnant les mêmes représentations d'orientations, les orientations issues de la zone fondamentale sont choisies en sortie. Cette opération est effectuée automatiquement sur Mtex en entrant les symétries du crystal via un fichier au format CIF. L'objectif ici pour eCHORD est d'avoir des orientations dans la zone fondamentale en sortie d'indexation CHORD. Cela évite d'effectuer, pour un profil expérimental, plusieurs comparaisons avec le même profil simulé pour chaque orientation équivalente. En effet, un réseau cristallin est composé de noeuds. Il existe des opérations de symétries laissant les noeuds du réseau invariant. Trente-deux groupes ponctuels définissent les opérations de symétries [8]. Les opérations de symétries propres (ne changeant pas la directivité du repère) de chacun des 32 groupes ponctuels génèrent des orientations équivalentes. Ainsi, l'espace des orientations peut être réduit à un espace fondamental qui permet de décrire l'ensemble des orientations équivalentes. Seule l'orientation avec le plus petit angle de rotation pour aller du repère de l'échantillon au repère orthonormé du cristal est présentée dans la zone fondamentale des orientations.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Ce qu'il faut retenir

Afin d'analyser des cartes d'orientation cristalline, les repères utilisés ainsi que les différentes conventions utilisées doivent être connues. Les résultats EBSD ont permis de définir les repères de l'échantillon pour les orientations et celui lié aux coordonnées des pixels pour importer CHORD dans Mtex. Par la suite, une transformation doit être appliquée pour passer d'une convention TSL à une convention HKL. Enfin, les symétries sont prises en compte pour afficher les orientations dans la zone fondamentale mais également pour calculer des angles de désorientation.

2.2 Outils pour une approche prédictive

Cette section présente un outil développé pour CHORD afin de réaliser des études prédictives. L'objectif de cette section est d'introduire cet outil et l'utilisation qui peut en être faite.

2.2.1 Développement de séries virtuelles

Les études prédictives sont réalisées à l'aide de séries d'images eCHORD simulées. Pour ce faire, dans un premier temps, des cartographies d'orientations sont simulées (un pixel = une orientation). Puis à partir de ces cartographies d'orientation virtuelles, les séries d'images eCHORD sont simulées pour créer des "séries virtuelles" (un pixel = un profil d'intensité). Les séries virtuelles simulent des acquisitions eCHORD.

Simulation de cartographies d'orientation

La simulation des cartographies d'orientation se fait en créant un diagramme de Voronoï. Un diagramme de Voronoï est constitué de points, appelés germes, répartis aléatoirement dans l'espace. Des cellules sont formées représentant la zone d'influence de chaque germe [21]. Les différentes régions, cellules ou polygones, dans ce diagramme représenteront les grains. Un exemple de diagramme voronoï est affiché en figure figure 2.5, avec les régions colorisées et une croix pour chaque germe. Les régions sont générées de façon aléatoire avec la librairie scipy.spatial.cKDTree [20] avec le langage python. Le nombre de grains est renseigné ainsi que la taille en pixel du diagramme construit. Ensuite,

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

une orientation cristalline est associée à chaque grain de ce diagramme. Chaque pixel d'un grain sera associé à un triplet d'angles d'Euler ou un quaternion représentant une orientation cristalline. Cela permet d'obtenir une cartographie d'orientation cristalline virtuelle comme celle observée en figure figure 2.5.

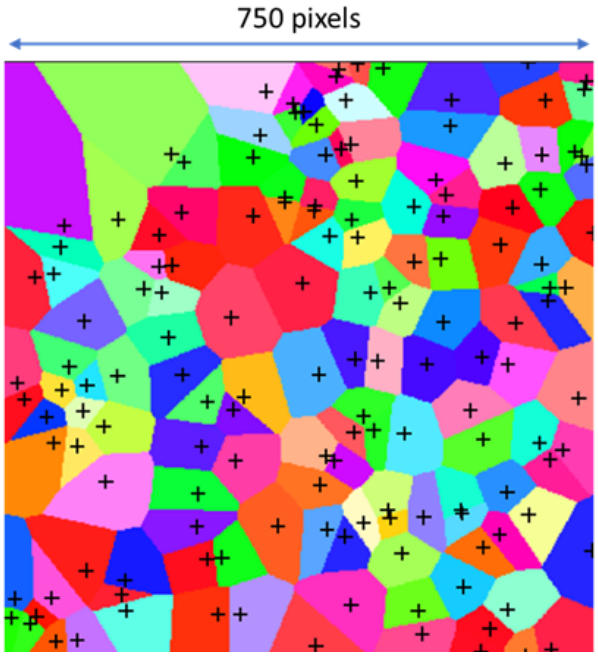

FIGURE 2.5 – IPF sur x d'une série virtuelle brute. Diagramme de Voronoï avec les cellules colorisées. Les cellules sont associées à une orientation cristalline. Les croix sont les germes du diagramme de Voronoï.

La cartographie ainsi obtenue sera utilisée comme référence dans la plupart des cas.

Simulation des séries virtuelles eCHORD

Par la suite, à partir de chacune des orientations cristallines, et en utilisant les simulations EMsoft, les profils d'intensité de chacun des pixels sont calculés. Cela crée des séries d'images virtuelles. Cette opération utilise les mêmes codes que pour la construction de base de données. En effet cette étape consiste à simuler une acquisition CHORD et les intensités obtenues dans un MEB pour une phase, une tension d'accélération, une inclinaison d'échantillon, un pas de rotation et un diaphragme donné. Enfin, les orientations de la cartographie de référence sont remplacées par leur profil. Ainsi, une série d'images virtuelle est générée. En figure 2.6, quatre images d'une série virtuelle sont montrées. Cette

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

série virtuelle est simulée pour une structure d'aluminium, avec une tension de 10kV, une inclinaison de 10°.

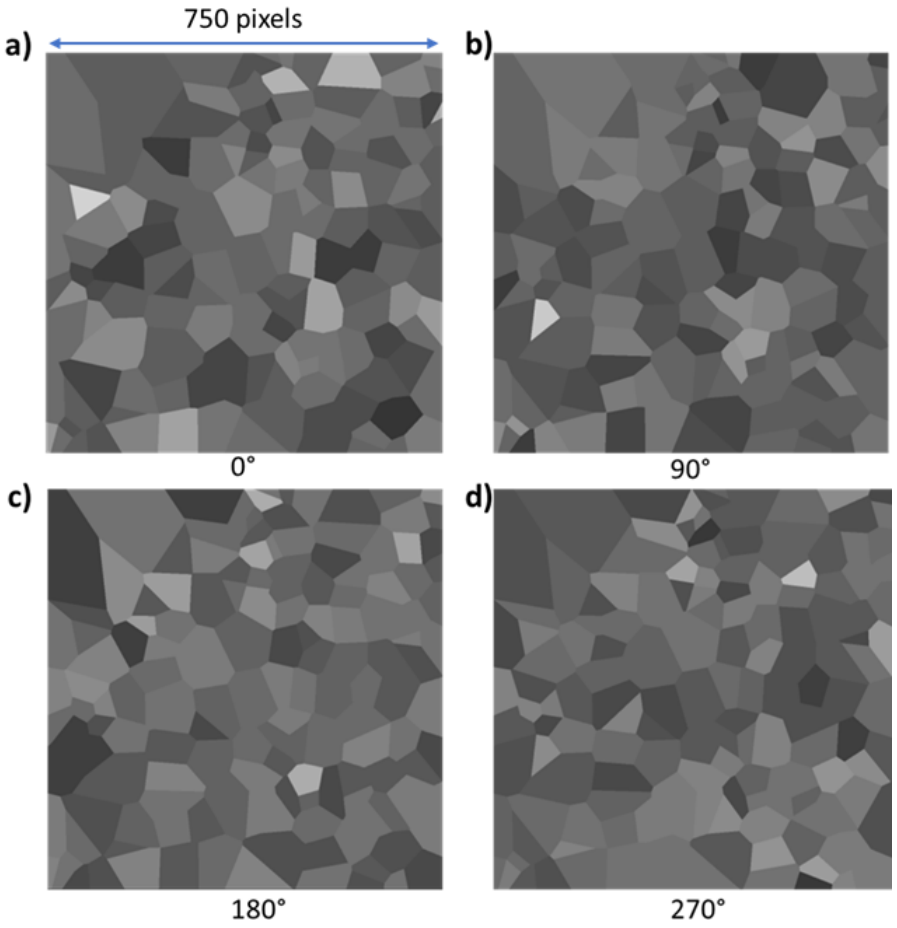

FIGURE 2.6 – Série virtuelle brute associée à la cartographie virtuelle présentée en amont. Série d'aluminium simulé à 10kV, avec une inclinaison de 10°, avec une image par degré de rotation a) Image à 0°, b) 90° c) 180° d) 270°.

Des modifications peuvent ensuite être apportées à la série virtuelle pour réaliser les études souhaitées. A titre d'exemple, la série virtuelle peut être bruitée, ou désalignée, ou de nouvelles phases peuvent être introduites, (voir figure 2.7). De la même manière que pour une série expérimentale, les séries virtuelles modifiées sont par la suite indexées (profils virtuels comparés aux profils d'une base de données) pour obtenir une nouvelle cartographie d'orientation. Les orientations trouvées sont

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

alors comparées avec les orientations de la cartographie de référence. Il est donc possible de vérifier et de comparer les résultats en sortie de l'indexation CHORD avec ce qui est attendu : comme les orientations ou les phases des pixels, connues grâce à la cartographie de référence.

Les utilisations potentielles de ce type de séries virtuelles sont importantes, dans le cas présent, elles peuvent être utilisées pour :

— Valider les post-traitements d'images CHORD.

— Comprendre et modéliser le bruit en sortie du microscope et l'effet du bruit sur l'indexation.

— Etudier l'effet d'une forte désorientation intra granulaire.

— Etudier la discrimination de phase CHORD (section 3.2).

— Etudier une distorsion angulaire ou spatiale pouvant provenir d'une erreur dans l'acquisition, d'une dérive d'échantillon par exemple.

— Etudier la résolution spatiale maximale (en taille de pixel) et angulaire.

— Optimiser l'indexation CHORD.

— Tester la robustesse de différentes métriques utilisées pour l'indexation.

L'objectif est de pouvoir agir sur le plus de paramètres afin de pouvoir faire le plus d'études prédictives. Ces études permettraient de prévoir les résultats et le comportement lors de l'indexation CHORD.

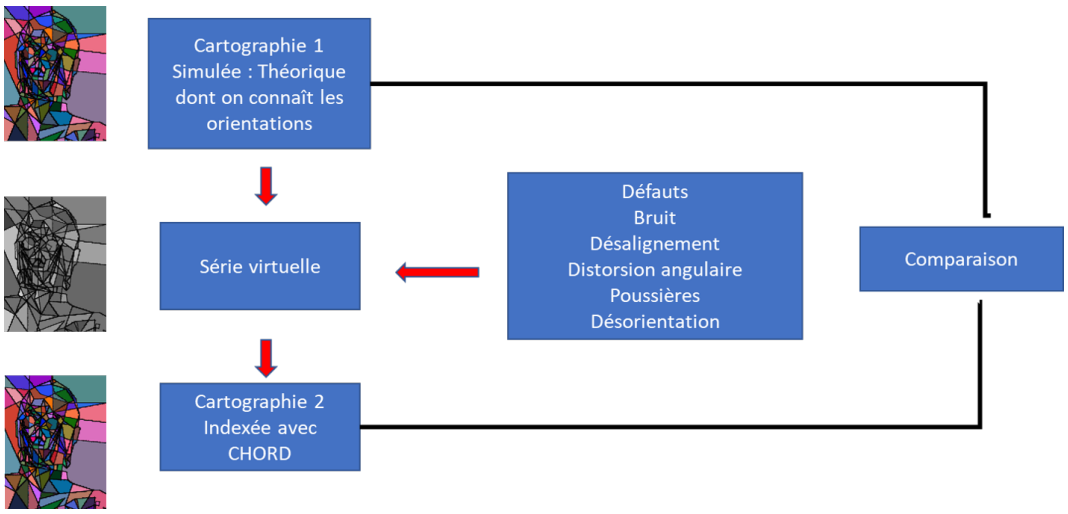

FIGURE 2.7 – Schéma séries virtuelles. Avec construction d'un diagramme de Voronoï, construction de la série virtuelle, ajout de défauts et indexation de la série.

Un schéma résumant la création de séries virtuelles se trouve en figure 2.7

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

2.3 Etude de l'effet du bruit

Afin de rendre les séries virtuelles le plus proche des séries expérimentales il est possible d'ajouter du bruit sur les profils CHORD simulés directement ou sur les images des séries virtuelles.

2.3.1 Le bruit sur les images BSE

Le bruit présent sur les images BSE provient d'une part du caractère aléatoire de la diffusion des électrons et donc du signal reçu et d'autre part du bruit électronique provenant du système de détection [15].

Une image peut alors être créée à partir des signaux BSE récupérés par les détecteurs. Cette image aura un contraste défini par :

$$C = \frac{S_{max} - S_{min}}{S_{max}} \tag{2.1}$$

S_{max} étant l'intensité maximale recueillie du signal sur l'image et S_{min} son intensité minimale. Plusieurs facteurs vont modifier le contraste comme les numéros atomiques des éléments présents dans l'échantillon ou encore la tension d'accélération du faisceau incident. Plus la tension est grande, plus le volume d'interaction est grand donc, il y aura plus de signal reçu.

Maintenant que le contraste a été défini, il est possible de s'intéresser au bruit et à la capacité d'observer des phases avec un contraste proche. Il est possible de voir des objets sur une image seulement s'il y a une différence de contraste 5x supérieure aux bruits [7].

La répartition du signal autour du signal moyen peut suivre une loi Poisson ou Gaussienne. D'après P.Cizmar et al.[4] pour un faisceau incident à une tension donnée, le signal reçu par le détecteur varie autour de la moyenne suivant une distribution de Poisson. Seule la valeur de la déviation standard dépend du signal reçu donc du nombre d'électron reçu (N_{BSE}). En ajoutant le bruit électronique qui peut être simulé par un bruit gaussien, le bruit pourrait alors être un bruit Poisson, Gaussien ou la somme des deux. Dans la suite, il a été choisi d'appliquer un bruit, directement sur les profils CHORD comme montré en figure 2.8. Le bruit appliqué est un bruit gaussien. La loi gaussienne G(μ,σ) est appliquée, avec σ la variance et μ la moyenne de la loi. Les valeurs de ces paramètres dépendent du signal et peuvent être autour de 5 pour la moyenne et 100 pour la variance, pour les séries virtuelles

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

après la normalisation euclidienne des profils (section 1.3.1).

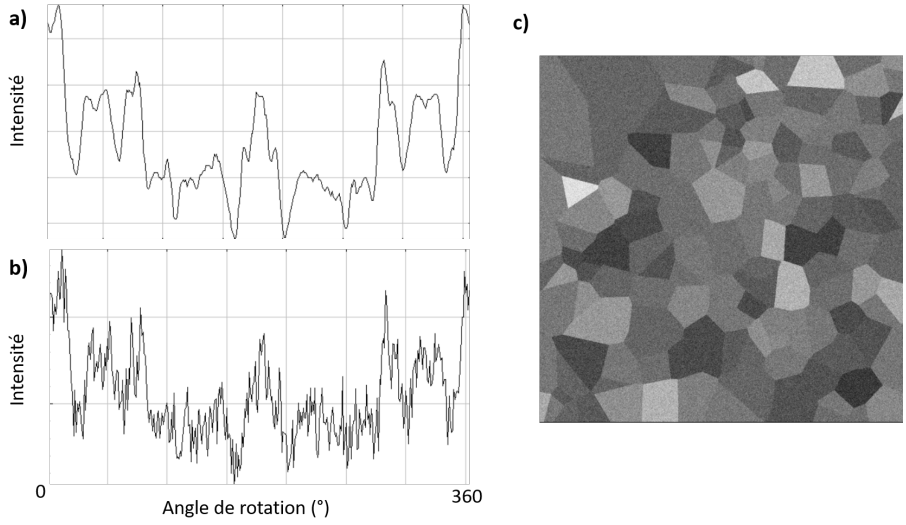

FIGURE 2.8 – Différence a) profil théorique sur un pixel d'une série puis b) bruité avec un bruit gaussien de moyenne 5 et variance 100 c) Première image (0°) de la série virtuelle bruitée à partir de laquelle le profil a été issu.

2.3.2 Effet du débruitage sur la résolution spatiale

Pour étudier l'effet du débruitage sur la résolution spatiale, les séries virtuelles bruitées ont été utilisées. Les indexations des séries virtuelles brutes puis bruitées avec un bruit gaussien suivant G(5,100) et débruitées ont été analysées. Le débruitage est appliqué directement sur les images BSE et non pas sur les profils pour éviter de perdre des informations cristallographiques. Plusieurs algorithmes de débruitage ont été testés pour débruiter des images BSE. L'algorithme retenu ici s'appelle VSNR [6] pour Variational Stationary Noise Remover. Il a été developpé dans le but de débruiter des images issues de microscopie électronique. Cet algorithme a été retenu car il permet de conserver les contours aux joints de grains.

La série virtuelle présentée est composée d'une matrice d'aluminium avec des précipités de Mg_2Si en forme de bâtonnets d'une vingtaine de pixels. L'objectif de l'étude est de déterminer si lors de l'étape de débruitage, la résolution de l'image choisie permet d'avoir un nombre de pixels au niveau des bâtonnets suffisants pour les indexer. L'indexation a été effectuée en regroupant les profils semblables dans un même cluster/groupe. Ainsi, plusieurs clusters seront construits, et les orientations trouvées

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

seront les mêmes pour tous les pixels d'un même cluster.

Les désorientations entre la cartographie de référence et la cartographie obtenue ont été calculées. La cartographie ne présente aucune désorientation de plus de 2° dans les grains.Les cartographies de phases sont aussi montrées (figure 2.9) avec en vert la phase : Mg_2Si et en bleu : la phase Al.

Certains pixels n'ont pas été indexés aux joints de grains. Les joints de grains impactés ont une épaisseur de 1 pixel. La cartographie de phase autour d'un précipité confirme cette analyse, il y a une perte de 1 pixel tout autour du précipité (figure 2.9). Aussi lors du débruitage, au minimum un pixel d'information au niveau des joints de grains sera perdu.

Ce qu'il faut retenir

Des études prédictives avec des séries virtuelles, comme l'effet du débruitage sur la résolution spatiale montrent qu'un objet devra être plus grand que 2 pixels par 2 pixels pour espérer l'observer sur une cartographie d'orientation. Les séries virtuelles sont obtenues à partir de cartographies d'orientation virtuelles préalablement simulées.

2.4 Détermination d'un coefficient attestant la qualité d'alignement des séries

2.4.1 Concept et application théorique

Les images expérimentales en sortie d'acquisition CHORD doivent être alignées. L'alignement des images est détaillé par Langlois et al. [11] [10] et est réalisé via des algorithmes du logiciel Image J. Deux algorithmes d'alignement sont présentés par la suite en sous-section 2.4.2. Pour vérifier l'alignement, les contours de chaque image de la série sont détectés en utilisant un algorithme développé par Deriche [5] [3]. Cette détection consiste en une succession d'étapes : filtre gaussien, recherche des gradients d'intensités, seuillage des gradients, recherche par hystérésis : suppression des contours trouvés qui ne sont pas connectés à des contours forts (avec un grand gradient d'intensité). Ces contours d'images sont sommés. Habituellement, la vérification de l'alignement consiste à observer la netteté

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

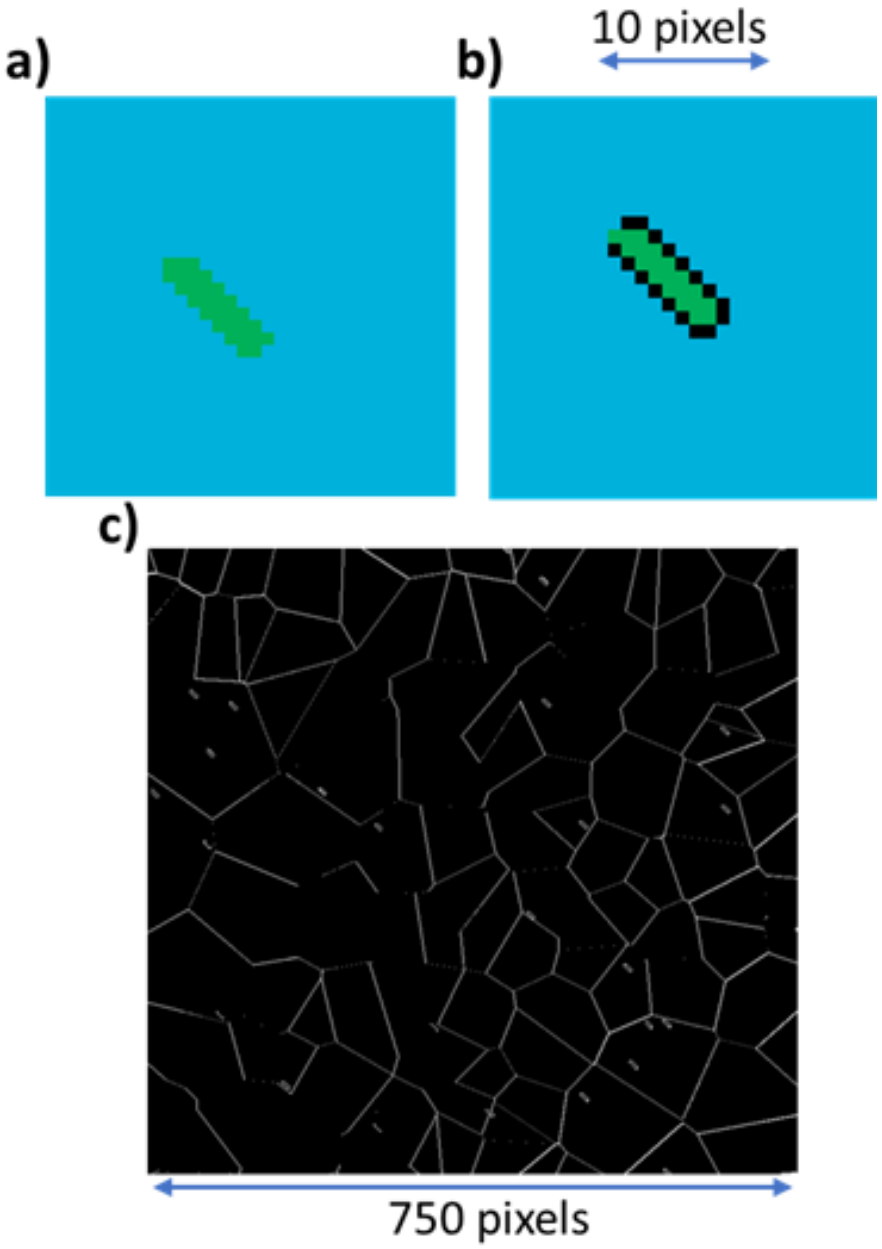

FIGURE 2.9 – a) Cartographie de phase de référence, b) cartographie de phase après débruitage. En bleu : Matrice Al en vert : Mg_2Si Les conditions sont identiques à la figure précédente. Les pixels en noir n'ont pas été indexés. c) Cartographie où tous les pixels blans ont été mal indexés. Ces pixels blancs correspondent aux pixels situés aux joints de grains.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

des joints de grains et reste à l'appréciation de l'opérateur. L'objectif est d'automatiser cette vérification de l'alignement afin d'avoir un coefficient qualifiant l'alignement. De plus, un meilleur alignement permet de conserver une meilleure résolution spatiale et angulaire ; l'information sur un pixel ne sera pas confondue avec celles des pixels voisins au cours de la rotation.

Dans un premier temps, la recherche de ce coefficient automatique a été menée sur des séries virtuelles, naturellement alignées de par leur conception. Pour la suite, une série virtuelle a été désalignée : la série a subi les transformations inverses d'un alignement d'images expérimentales. La somme de contour d'une telle série peut être visualisée en figure 2.11.

La méthode retenue, pour obtenir un coefficient d'alignement, consiste en ces différentes étapes :

— Détection de contour sur la série avec un algorithme développé par Deriche.

— Repérage du centre des grains : calcul du centroïde (moyenne des coordonnées des pixels dans le grain).

— Traçage d'un segment entre les centres de grains voisins sur l'image somme. Un segment va donc couper un joint de grain figure 2.10. Sur la figure les segments coupent un joint de grain chacun.

— Traçage de profil d'intensité parcouru sur ces segments, a) sur chaque image, b) sur la somme des contours d'images (figure 2.11). Les profils sur la figure montrent que les joints de grain détectés sur la somme de contours des images sont plus épais que ceux d'un contour d'une image.

— Comparaison des profils de chaque segment d'une image de contours avec le segment correspondant de la somme de contour via un produit scalaire (voir section 1.3.1). Cette opération est répétée sur toutes les images de contours.

— Le produit scalaire le plus proche de 1, le meilleur, est retenu sur chaque segment.

— La moyenne des plus grands produits scalaires de chaque segment donne le coefficient d'alignement.

Cette méthode a été codée en langage python à l'aide de la librairie Scikit-Image 0.19 [19]. Un exemple de segments traversant un joint de grain, sur une série expérimentale est présenté en figure 2.10. Une simple détection de contour Deriche suffit généralement pour tracer des joints de grain (section 4.3).

Enfin, en appliquant cette méthode sur la série virtuelle désalignée, la différence entre les intensités parcourues est visible en figure 2.11. Les profils d'intensité sur un segment seront centrés autour d'une

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

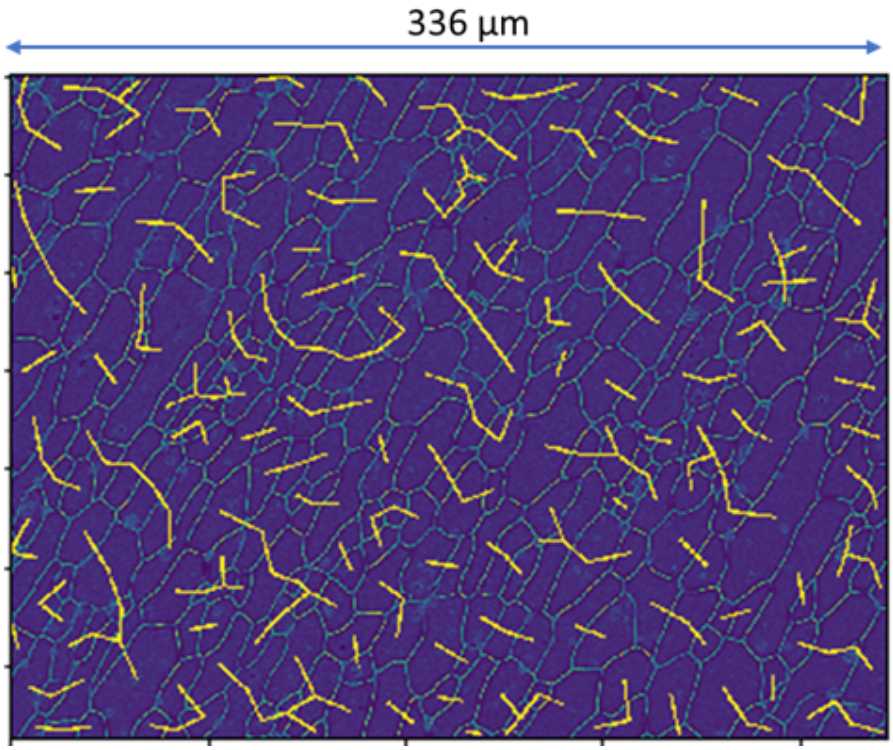

FIGURE 2.10 – Exemple des segments sur une série expérimentale CHORD 10kV, 10° sur un alliage d'aluminium 6080 après la détection des contours et des centres des grains. Les segments traversent un joint de grain.

certaine position donnant un pic (bleu). Alors que pour la somme des contours, lorsque les images ne sont pas alignées, le profil obtenu sera plus étalé spatialement et plusieurs pics appraîtront (noir). Ces pics correspondent aux contours trouvés sur d'autres images de la série qui ne sont pas placés sur les mêmes pixels, mais sur des pixels voisins. Ainsi, lorsque ces intensités seront comparées via un produit scalaire. Le coefficient c obtenu est plus important sur des séries avec un mauvais alignement, avec : c=1-produit scalaire.

2.4.2 Application expérimentale

Cette méthode a ensuite été testée sur une série expérimentale dans le but d'automatiser la vérification de l'alignement des images sur des séries expérimentales. Pour cette étude, deux méthodes d'alignements différentes ont été testées, afin de déterminer laquelle est la plus pertinente. La première utilise l'algorithme SIFT[13] qui prend quelques éléments les plus distinctifs possibles pour aligner

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

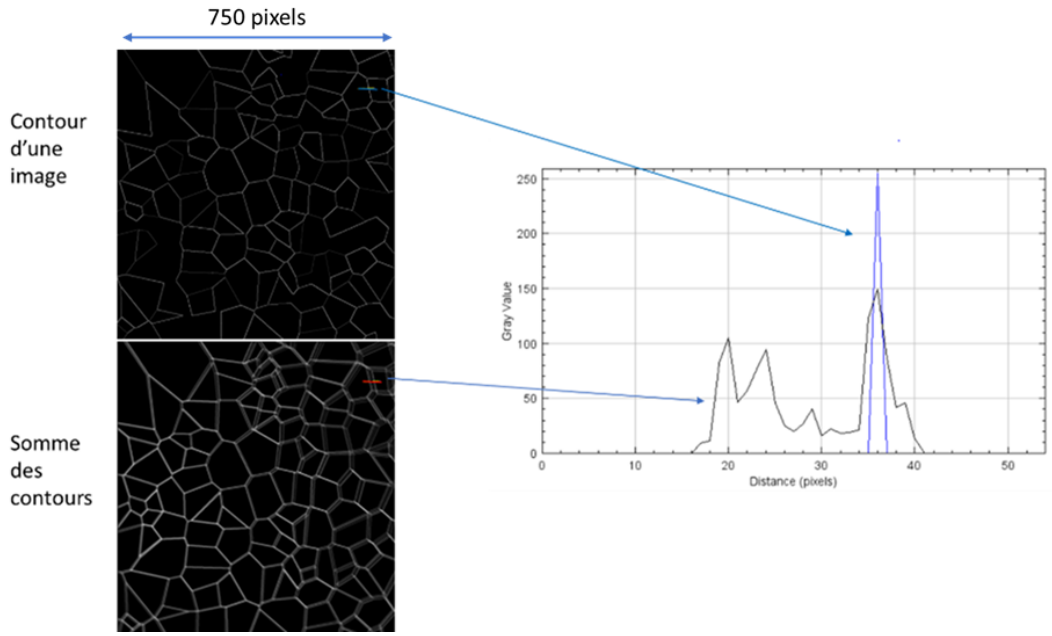

FIGURE 2.11 – Différence entre un profil d'un segment traversant un contour d'une image en bleu et le profil d'un segment traversant la somme des contours de séries désalignées, en noir. Les contours d'une image de la série et la somme des contours de toutes les images de la série est aussi présenté.

deux images. Le deuxième alignement utilise l'algorithme MultiStackReg[18] qui place des marqueurs sur l'image de référence et retrouve la position de ces marqueurs sur l'image à aligner. Appliqué sur des microstructures, le premier algorithme est capable d'aligner des images fortement désalignées (désalignement de plusieurs dizaines de pixels) mais l'alignement est moins précis que pour le deuxième algorithme, qui lui, aura plus de difficultés à aligner des images fortement désalignées, mais donnera un alignement final meilleur s'il arrive à converger. Le deuxième alignement (MultiStackReg) est suivi d'un algorithme appelé ImageStabilizer. Cet algorithme permet d'aligner des images en se servant de la méthode de Lucas-Kanade [12]. La somme des contours de la série étudiée est montrée en figure 2.12 suivant les deux alignements proposés. Sur l'image a) les contours ont une largeur d'un pixel environ alors que sur l'image b) les contours se dédoublent, ce qui résulte d'un alignement moins bon.

En appliquant la méthode sur cette série alignée de deux façons différentes, les résultats en tableau 2.1 sont obtenus.

Comme attendu, plus l'alignement est bon et plus l'indicateur est faible. Ainsi la série parfaitement alignée présente un indicateur proche de 0, alors que la série la moins bien alignée présente un score

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

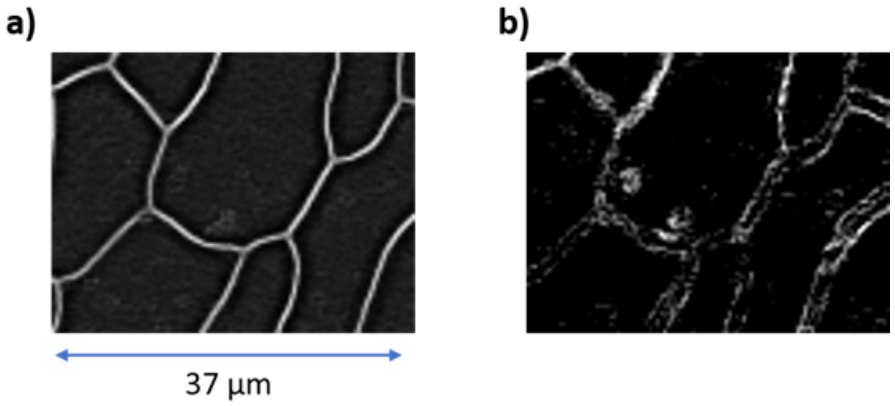

FIGURE 2.12 – Zoom sur des contours d'une série expérimentale sur un alliage d'aluminium 6080 a) Somme des contours alignés au mieux (Algorithme : MultiStackReg sur les contours + ImageStabilizer), b) Somme des contours aligné avec l'algorithme SIFT

Séries :	**Coefficient**
Série Virtuelle "alignée"	0,0008
Série Virtuelle désalignée (Transformation inverse d'alignement expérimental)	0,2998
Série expérimentale (Alignement SIFT)	0,2675
Série expérimentale (MultiStackReg sur les contours+ImageStabilizer)	0,1174

TABLE 2.1 – Tableau récapitulatif des coefficient avec différentes méthodes d'alignment.

de 0,30. Finalement, l'alignement avec la routine multisctackreg obtient un assez bon score de 0,11.

De plus, une information locale est aussi obtenue. Elle permet de faire ressortir les joints de grains qui sont les moins bien définis. Il suffit d'afficher le meilleur produit scalaire retenu pour chaque segment et de coloriser un des grains traversé par ce segment, par le coefficient. Ceci donne la carte en figure 2.13. Les coefficients ont été normalisés entre 0 et 255 pour une meilleure visualisation. La carte représente la série expérimentale alignée au mieux avec l'algorithme MultiStackReg sur les contours suivi de l'algorithme ImageStabilizer[12].

Sur cette cartographie, les coefficients sont tous globalement bas comparés à des séries non alignées (cf tableau 2.1), des joints de grains ressortent avec des coefficients plus faibles que d'autres, apparaissant notamment vers le centre de l'image. La raison de ce phénomène n'est pas comprise, cela pourrait provenir d'un meilleur alignement local ou pourrait dépendre du fait que le segment tracé ne coupe pas forcément le joint de grain perpendiculairement. Une étude plus détaillée sur ce coef-

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

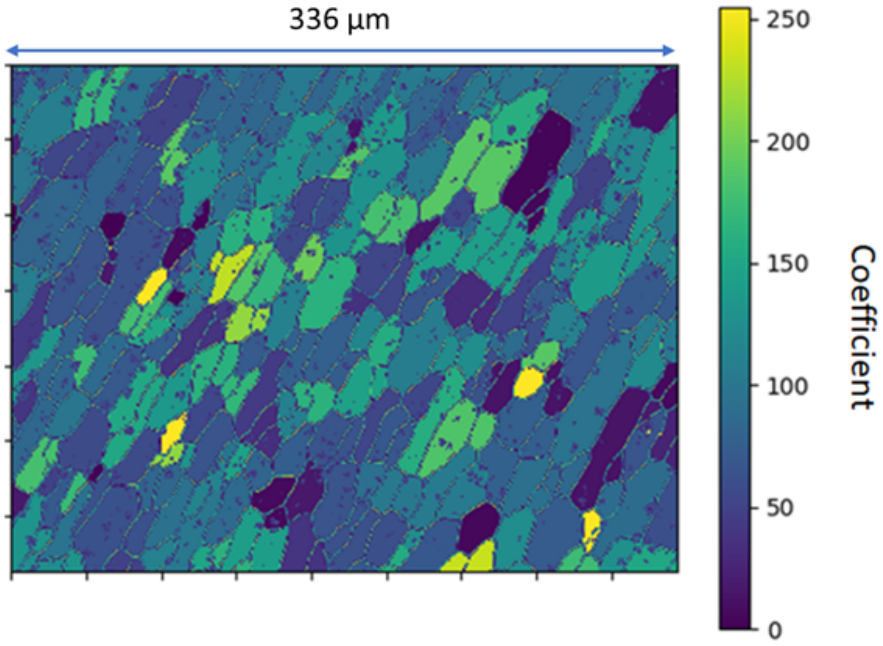

FIGURE 2.13 – Coefficient local attestant de l'alignement. Les grains qui apparaissent en jaunes sont ceux ayant les joints de grains les plus mals définis. La série d'images est acquise sur un alliage d'aluminium Al6080 à 10kV 10°. L'alignement a été fait à l'aide de l'algorithme MultiStackReg sur les contours, suivi de l'algorithme ImageStabilizer.

ficient local serait nécessaire pour savoir d'où viennent ces différences sur une même série. De plus d'autres méthodes pourraient être étudiées pour obtenir d'autres coefficients d'alignement, afin d'avoir la méthode la plus robuste possible.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Par exemple il serait possible d'imaginer une méthode qui consisterait en ces étapes :

— Détecte les contours sur la série

— Somme les contours

— Seuille les contours et la somme des contours

— Pour chaque contour : soustrait un contour de la somme des contours

— Retient le nombre minimal de pixels encore "allumé" qui donne le coefficient

Ce qu'il faut retenir

Une application est présentée sur la détermination d'un coefficient qualifiant l'alignement des images issues des acquisitions CHORD. La méthode repose sur la comparaison de l'épaisseur de joint de grain entre le contour d'une seule image de la série et le contour la série alignée.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

2.5 Acquisition de séries mosaïques

Une cartographie mosaïque consiste à acquérir plusieurs cartographies sur des régions voisines, et à les recoller afin d'obtenir une cartographie de plus grand champ de vue avec une bonne résolution spatiale [16] [17]. Cela permettrait l'observation de structures hétérogènes en taille en une seule acquisition. Cette étude sera détaillée en section 5.3. Cette section présente l'automatisation d'acquisitions de séries de type mosaïques CHORD en développant les solutions choisies.

2.5.1 Acquisition de série CHORD mosaïques automatiques au microscope électronique à balayage

Pour effectuer des mosaïques eCHORD, deux choix apparaissaient : les translations peuvent être effectuées soit avant, soit après la rotation de l'échantillon. Afin de justifier le choix établi il est important de rappeler que les acquisitions eCHORD présentées sont réalisées à l'aide d'une surplatine figure 2.14.

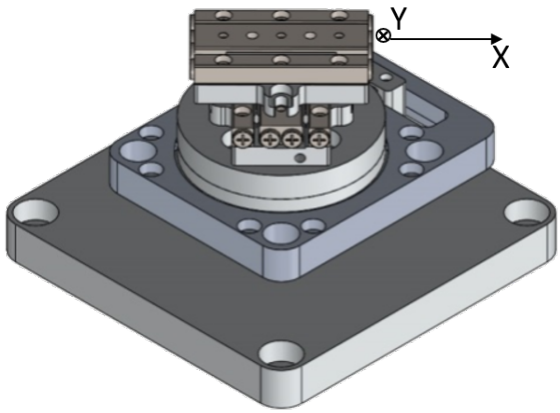

FIGURE 2.14 – Surplatine CHORD avec une translation suivant X et Y au-dessus d'un axe de rotation autour de Z

Cette surplatine possède deux axes de translations (X et Y) au-dessus d'une rotation. Une fois le centre de rotation aligné avec le faisceau incident, la surplatine permet de se déplacer suivant X et Y de l'échantillon tout en gardant le centre de rotation aligné avec le faisceau.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Dans le premier cas pour obtenir des mosaïques, le champ est balayé entièrement puis la rotation est effectuée. Cette solution correspond au schéma figure 2.15 avec pour exemple une grille 2x2.

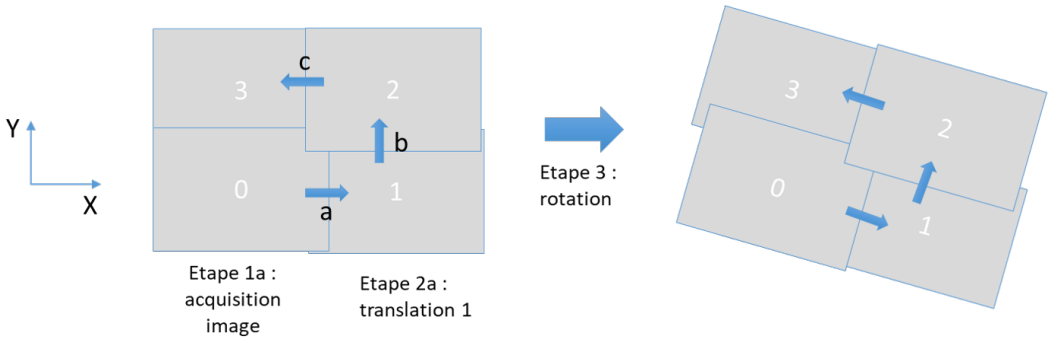

FIGURE 2.15 – Schéma décrivant les étapes retenues pour acquérir des séries mosaïques CHORD. L'étape 1 consiste à translater la région d'intérêt pour imager un grand champ de vue, et l'étape 2 consiste à appliquer le pas de rotation. Ces deux étapes se répètent en boucle jusqu'à ce que la rotation ait atteint un tour complet.

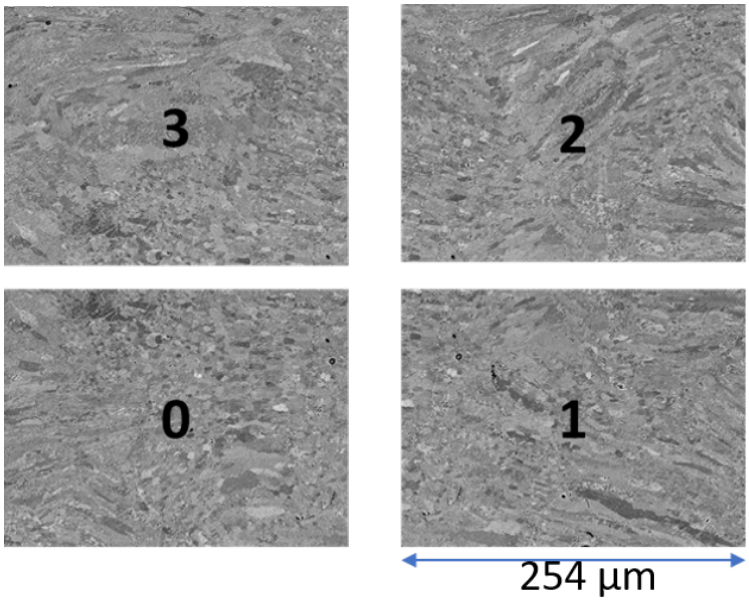

FIGURE 2.16 – Acquisition de 4 champs voisins de façon automatique pour une étape de rotation donnée. La rotation ici est de 0°. Les champs 0,1,2,3 ont été enregistrés grâce aux translations de la surplatine.

Le deuxième cas consiste à effectuer une série CHORD puis de se décaler sur X ou Y pour effectuer une nouvelle série et recoller les séries par la suite. Pour faciliter l'étape de reconstruction de la série

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

en recollant les différents champs, la première solution a été adoptée (celle correspondant au schéma figure 2.15). Cette solution permet également d'obtenir toutes les images d'un même champ pour une rotation donnée dans les mêmes conditions, sans différence sur la contamination de l'échantillon. Le logiciel d'acquisition communiquant avec le microscope et la surplatine a été modifié, afin d'acquérir un grand champ en imageant les différentes zones avant d'effectuer le pas de rotation.

2.5.2 Post traitement pour l'obtention de cartographies d'orientations

Pour une série mosaïque avec une grille de M x N mosaïques, en sortie d'acquisition CHORD il y aura alors M x N x pas images, avec pas le pas de rotation. Les images sont alors triées suivant leur zone. Par exemple pour le schéma en figure 2.15, les images de la zone 0 sont rangées dans une série, puis les images de la zone 1 etc... Pour chaque série obtenue, les images sont réalignées entre elles comme une série classique. Et enfin les séries sont recollées pour reconstruire le grand champ. Cette reconstruction se fait via FIJI avec le plugin stitching (GRID stitching) [14]. Les paramètres d'entrées sont les séries des différentes zones, le sens dans lequelle les séries ont été prises (0 en premier sur le schéma puis 1...) et enfin le taux de recouvrement approximatif entre les séries.

En gardant notre série en exemple, pour un recouvrement prévue de 20%, la reconstruction de la mosaïque est montrée en figure 2.17.

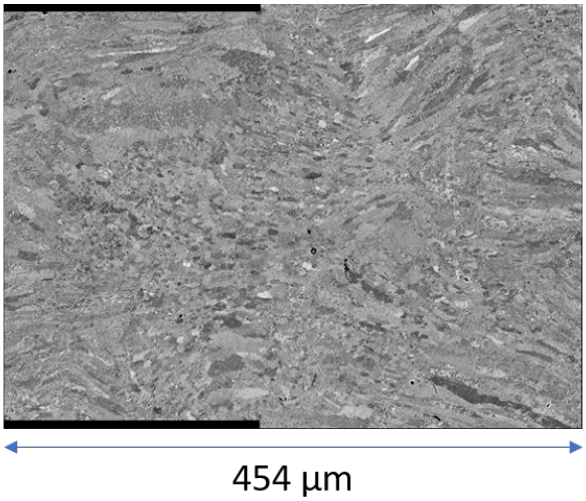

FIGURE 2.17 – Recollement des séries mosaïques d'alliage d'aluminium présentées précédemment avec un recouvrement de 20% environ

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette série d'images reconstruite peut être traitée comme une série classique en la débruitant si nécessaire. L'indexation CHORD est quant à elle plus longue, car le nombre de pixels est généralement plus élevé que sur une série classique. Pour la série en exemple qui possède une taille d'environ 1800x1000 pixels, le temps d'indexation se situe aux alentours de 6h pour une base de données de 6 millions de profils.

2.6 Conclusion du chapitre

Des outils ont été réalisés et mis en place pour exporter facilement les données CHORD, pour les analyser sur des logiciels de traitement de cartographie tels que Mtex. En effet, ils permettent l'importation de données eCHORD en respectant les différences sur les repères et les conventions choisies pour définir les orientations. Cela a permis également d'étalonner la méthode eCHORD et de comparer les résultats avec des données EBSD. De plus, des outils prédictifs ont été mis en place. Ils reposent sur la simulation de séries virtuelles, construites à partir de cartographies d'orientation virtuelles de référence qui ont été préalablement simulées. Des études ont été menées, employant ces séries virtuelles, comme celle présentée sur la recherche d'un coefficient attestant la qualité de l'alignement des images ou alors l'étude sur l'effet du débruitage sur la résolution spatiale. Ainsi, il a été montré que les traitements d'images appliquées aux séries eCHORD induisent une perte minimum de 1 pixel d'information autour des objets observés. Enfin, une acquisition automatique de séries eCHORD de type mosaïques a été implémentée. L'inconvénient principal de ces acquisitions repose sur le temps d'indexation des séries. Or, le logiciel d'indexation est développé en parallèle par l'entreprise Axonsquare, et l'utilisation de carte graphique (GPU) pour l'indexation permettrait de réduire ce temps de façon considérable.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Bibliographie

[1] Florian Bachmann, Ralf Hielscher, and Helmut Schaeben. Grain detection from 2d and 3d EBSD data—Specification of the MTEX algorithm. *Ultramicroscopy*, 111(12) :1720–1733, December 2011.

[2] B Beausir and JJ Fundenberger. Analysis tools for electron and xray diffraction, atex—software. *Available online : www. atex-software. eu (accessed on 21 November 2018)*, 2017.

[3] John Canny. A Computational Approach to Edge Detection. *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, PAMI-8(6) :679–698, November 1986.

[4] P. Cizmar, A. E. Vladár, B. Ming, M. T. Postek, and for the National Institute of Standards and Technology. Simulated SEM images for resolution measurement. *Scanning*, 30(5) :381–391, September 2008.

[5] Rachid Deriche. Using Canny's criteria to derive a recursively implemented optimal edge detector. *International Journal of Computer Vision*, 1(2) :167–187, 1987.

[6] J. Fehrenbach, P. Weiss, and C. Lorenzo. Variational Algorithms to Remove Stationary Noise : Applications to Microscopy Imaging. *IEEE Transactions on Image Processing*, 21(10) :4420–4430, October 2012.

[7] Joseph I. Goldstein, Dale E. Newbury, Joseph R. Michael, Nicholas W.M. Ritchie, John Henry J. Scott, and David C. Joy. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer New York, New York, NY, 2018.

[8] Marc De Graef and Michael E. McHenry. *An Introduction to Crystallography, Diffraction, and Symmetry*. Structure of Materials.

[9] Quincey Koziol and Dana Robinson. HDF5, 2018. Language : en.

[10] Clément Lafond. *Cartographie d'orientations cristallines à partir du contraste de canalisation en microscopie électronique à balayage*. Thèse de doctorat, INSA Lyon, Villeurbanne, February 2020.

[11] C. Langlois, T. Douillard, H. Yuan, N.P. Blanchard, A. Descamps-Mandine, B. Van de Moortèle, C. Rigotti, and T. Epicier. Crystal orientation mapping via ion channeling : An alternative to EBSD. *Ultramicroscopy*, 157 :65–72, October 2015.

[12] Kang Li. The image stabilizer plugin for ImageJ. http://www.cs.cmu.edu/~kangli/code/Image_Stabilizer.html, February 2008.

[13] David G. Lowe. Distinctive Image Features from Scale-Invariant Keypoints. *International Journal of Computer Vision*, 60(2) :91–110, November 2004.

[14] Stephan Preibisch, Stephan Saalfeld, and Pavel Tomancak. Globally optimal stitching of tiled 3D microscopic image acquisitions. *Bioinformatics*, 25(11) :1463–1465, 04 2009.

[15] VNE Robinson. Imaging with backscattered electrons in a scanning electron microscope. *Scanning*, 3(1) :15–26, 1980. Publisher : Wiley Periodicals, Inc. New Jersey.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

[16] D. Rowenhorst. Removing Imaging Distortions Through Automatic Stitching of EBSD Mosaics. *Microscopy and Microanalysis*, 19(S2) :840–841, August 2013.

[17] B. E. Sørensen, J. Hjelen, H. W. Ånes, and T. Breivik. Recent features in EBSD, including new trapezoidal correction for multi-mapping. *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering*, 891(1) :012021, July 2020. Publisher : IOP Publishing.

[18] P. Thevenaz, U.E. Ruttimann, and M. Unser. A pyramid approach to subpixel registration based on intensity. *IEEE Transactions on Image Processing*, 7(1) :27–41, January 1998.

[19] Stéfan van der Walt, Johannes L. Schönberger, Juan Nunez-Iglesias, François Boulogne, Joshua D. Warner, Neil Yager, Emmanuelle Gouillart, and Tony Yu. scikit image : image processing in Python. *PeerJ*, 2 :e453, June 2014.

[20] Pauli Virtanen, Ralf Gommers, and Oliphant. SciPy 1.0 : fundamental algorithms for scientific computing in Python. *Nature Methods*, 17(3) :261–272, March 2020.

[21] Georges Voronoi. Nouvelles applications des paramètres continus à la théorie des formes quadratiques. Premier mémoire. Sur quelques propriétés des formes quadratiques positives parfaites. *Journal für die reine und angewandte Mathematik (Crelles Journal)*, 1908(133) :97–102, January 1908.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 3

Discrimination de phase : un outil nécessaire pour la caractérisation de la précipitation

En chapitre 1, il a été montré l'intérêt de la caractérisation de la microstructure des alliages d'aluminium. Des techniques ont été présentées afin d'analyser les différentes phases en présence, comme la technique EBSD. En effet, la répartition des phases peut être étudiée avec notamment des cartographies de phases obtenues avec une acquisition EBSD, en déclarant au préalable les phases à discriminer par exemple. Les phases, discriminées lors de la détermination de l'orientation, sont toutes testées. La phase qui donne la meilleure correspondance (profil pour eCHORD ou bandes détectées pour l'EBSD) est retenue pour le pixel considéré.

Pour la méthode eCHORD la discrimination de phases peut s'effectuer lors de l'indexation, c'est-à-dire lorsque les profils expérimentaux sont comparés à des profils théoriques provenant d'une base de données. Lors de cette indexation, des bases de données de chaque phase sont entrées avec les bonnes conditions de l'acquisition. Puis les profils expérimentaux sont comparés aux profils de toutes les bases. Un pixel est considéré dans une phase suivant la base d'où provient le profil théorique associé lors de l'indexation.

Pour eCHORD, une première étude sur la discrimination de phase a été réalisée par C .Lafond et

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

al.[2] en 2018. Cette étude présentait la discrimination de deux phases possédant des structures cristallographiques différentes, une phase de ferrite et une d'austénite. L'étude présentée dans ce chapitre se focalise notamment sur la discrimination de phase entre le silicium et l'aluminium. Ces phases possèdent des structures cristallographiques proches avec une chimie différente. La discrimination entre ces phases peut alors poser quelques difficultés. L'objectif de ce chapitre est de montrer la capacité de la méthode CHORD à pouvoir discriminer des phases via les profils, afin de construire des cartographies de phases. Pour vérifier que les profils d'une phase seront bien associés aux profils théoriques de leur base, une étude théorique sur des séries virtuelles puis une étude expérimentale ont été menées.

3.1 Cas des phases intermétalliques de silicium

L'alliage choisi est un Al6111. Les principaux éléments d'alliages dans les 6XXX sont le magnésium (Mg) et le silicium (Si). Ces éléments permettent de former la phase Mg_2Si (β) qui permet de durcir les alliages en précipitant sous forme de plaquette avec une épaisseur d'une dizaine de nanomètres et une largeur d'une centaine de nanomètres [1]. Il s'agit donc de précipités durcissants. Ces précipités ne sont pas observés au microscope à balayage, à cause de leur taille. L'étude portera sur les phases intermétalliques, micrométriques, formées à haute température. Le choix d'étudier la discrimination de phase du silicium provient du fait que le silicium possède une structure cristallographique semblable à celle de l'aluminium (voir sous-section 3.1.1). La similarité cristallographique des deux phases pose quelques difficultés pour les discriminer avec la technique EBSD, (voir sous-section 3.1.1). D'autre part, les phases intermétalliques de silicium possèdent une taille de quelques μm. Cette taille permet d'avoir un champ de vue et une résolution spatiale suffisante pour observer les précipités et plusieurs grains de la matrice simultanément sur des cartographies d'orientation, avec des paramètres d'acquisition standard. Le silicium possède un contraste chimique au MEB proche de celui de l'aluminium ce qui rend relativement aisé, l'observation simultanée du contraste cristallographique dans la matrice d'aluminium et les précipités de silicium (réglage du contraste et de la brillance). La discrimination de phase par EBSD seul ne fonctionne pas, et il est nécessaire de coupler ces analyses avec des analyses EDS. La capacité de discrimination de phase de la méthode CHORD sera testée sur cet exemple. Cela permettra également de situer le champ des possibles de cette méthode par rapport au potentiel de la méthode EBSD.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

3.1.1 Limites de la discrimination de phases Al et Si avec les clichés de diffraction EBSD

Les difficultés rencontrées lors de de la discrimination de phase par EBSD sont présentées dans cette section. La technique EBSD permet de discriminer des phases en analysant les bandes des clichés de diffraction (chapitre 1). Les caractéristiques de ces bandes diffèrent selon la structure cristallographique de la phase étudiée. Or l'aluminium et le silicium ont des structures proches. En effet le tableau 3.1 rappelle la structure de l'aluminium et du silicium.

	Silicium	Aluminium
Groupe d'espace	227	225
Paramètre de maille	5,43 Å	4,04 Å

TABLE 3.1 – structure cristallographique Al et Si

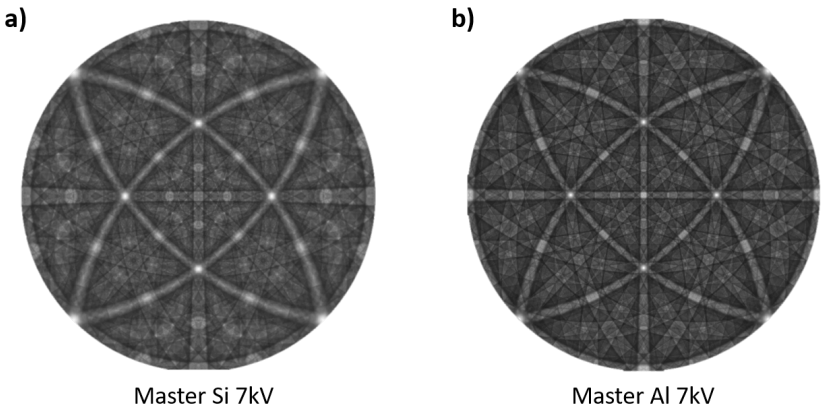

FIGURE 3.1 – Master simulé pour 7kV pour a) Silicium b) Aluminium

Les opérations de symétries sont les mêmes pour les deux structures, car ils possèdent le même groupe ponctuel. Ainsi, sur un cliché de diffraction, les bandes observées seront aux mêmes endroits pour les deux structures pour une même orientation. Seuls la largeur des bandes et le contraste seront différents (figure 3.1). Ceci est notamment dû à la différence sur la valeur des paramètres de maille. Cela peut induire des erreurs sur la discrimination de phase comme montré en figure 3.2. En effet, une analyse EDS montre que les grains de quelques micromètres appartiennent à la phase de silicium (Si) et les autres à la matrice d'aluminium (Al). Or, sur la cartographie de phase, dans les grains d'aluminium, beaucoup de pixels sont indexés comme du silicium. Une deuxième acquisition a été

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

réalisée en augmentant le temps d'exposition pour avoir des bandes mieux définies pour faciliter la discrimination de phases. En résultats, il y a un nombre moins important de pixels avec une phase erronée sur la zone commune (figure 3.2.c).

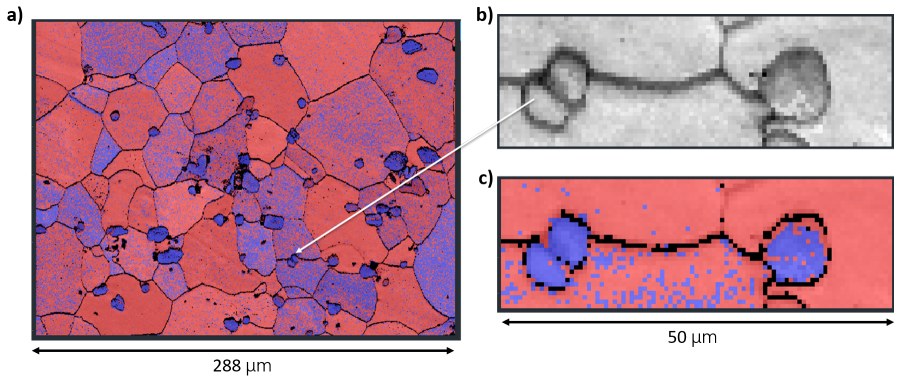

FIGURE 3.2 – Cartographie de phase EBSD avec en rouge : la phase Al cfc, et en bleu : la phase Si cfc. a) Cartographie obtenue en EBSD à 15kV, 63,7°, pas 0,5μm, taile (576x430), WD10mm, temps d'exposition 10ms, b) Autre acquisition : Band Contrast avec un temps d'exposition augmenté à 400ms pour faciliter la discrimination de phase et le pas réduit à 0,2 μm c) Cartographie de phase sur une zone zoomée avec un temps d'exposition de 400ms.

Pour réduire les erreurs d'indexation, le temps d'exposition a été multiplié par 40 par rapport à la première acquisition, ce qui signifie qu'il faudrait alors 40 fois plus de temps pour acquérir toute la cartographie, soit environ 80h (3 jours et demi), tout en gardant des pixels mal discriminés. Une indexation sur les transfomées de Hough conventionnelle a été appliquée. D'autres stratégies d'indexation qui n'ont pas été appliquée ici pourrait potentiellement améliorer la discrimination de phase comme le mode 'précision affinée' (Refine Accuracy). Une solution, pour améliorer la discrimination de phases en EBSD, est de coupler les techniques EBSD et EDS (figure 3.3) [3].

En effet, pour le même échantillon, la cartographie de phase obtenue en couplant EBSD et EDS (figure 3.3).b est plus proche de la répartition attendue. Néanmoins, cela nécessite deux détecteurs spéciaux avec des informations couplées. La discrimination de phase via eCHORD permettrait de s'affranchir de cela.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

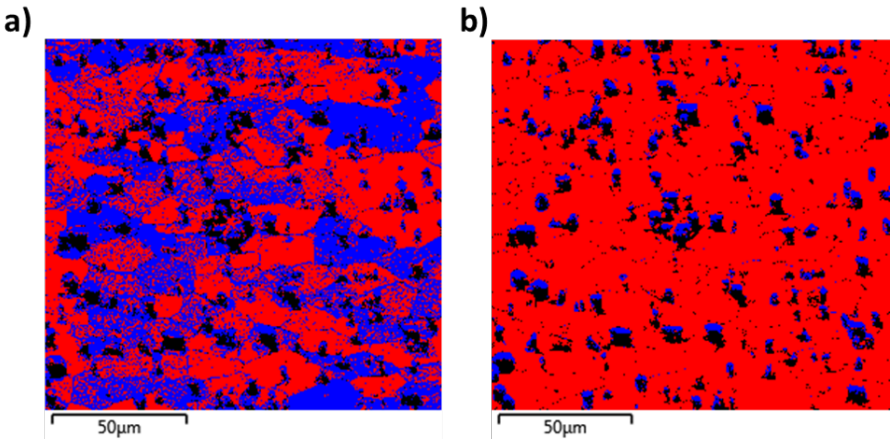

FIGURE 3.3 – Cartographie de phase EBSD avec en rouge Al et en bleu Si a) sans EDS b) Avec EDS. Cartographie obtenue en EBSD à 20kV, 70°, pas 0,54μm, taille (274x257), WD11,8mm, temps d'exposition 10,4ms pour a) et 8ms pour b).

3.2 Etude théorique de la discrimination de phase à l'aide des profils eCHORD

Cette section présente l'étude théorique de la discrimination de phases avec eCHORD. L'objectif ici est de déterminer si, lors de l'indexation, il est possible de discriminer la phase à l'aide des profils. En d'autres termes, cela revient à vérifier si deux différentes phases présentent des profils assez différents pour ne pas être confondus lors de la comparaison.

3.2.1 Phases aluminium et silicium

Dans un premier temps, l'étude théorique se concentre sur le cas présenté précédemment pour discriminer des phases d'aluminium et de silicium avec CHORD. Des masters ont été construits pour de l'aluminium et du silicium dans les mêmes conditions avec les codes EMsoft (figure 3.4). Pour rappel, un master est un ECP sur toute la projection stéréographique (section 1.3.2).

Les largeurs de bandes et les contrastes observés sur les master sont différents pour l'aluminium et le silicium, ce qui est confirmé en comparant deux profils eCHORD, pris pour une orientation au hasard (figure 3.5). En effet, les profils possèdent les mêmes pics pour certains angles de rotation mais beaucoup de différences sont visibles, notamment sur le pic à 180° qui est divisé en deux pour le silicium. Les profils ont été normalisés par une norme euclidienne. Or les extrema pour le profil

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

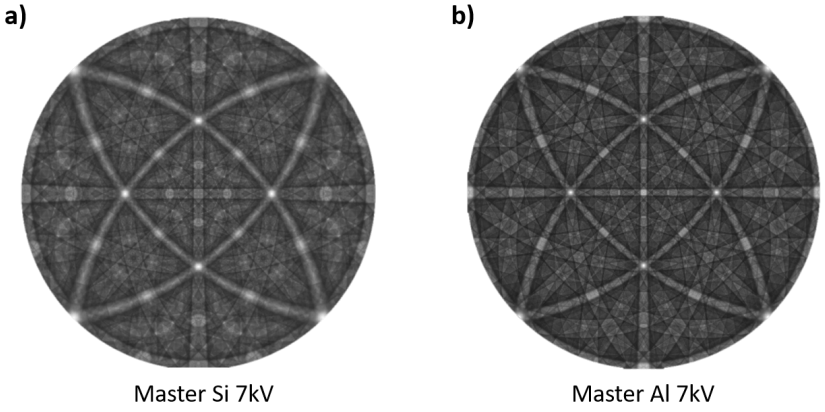

FIGURE 3.4 – a) master simulé Si à 7kV b) master simulé Al à 7kV.

d'aluminium sont plus élevés, ce qui confirme la différence de contraste des masters. Cela a été vérifié pour plusieurs orientations choisies aléatoirement.

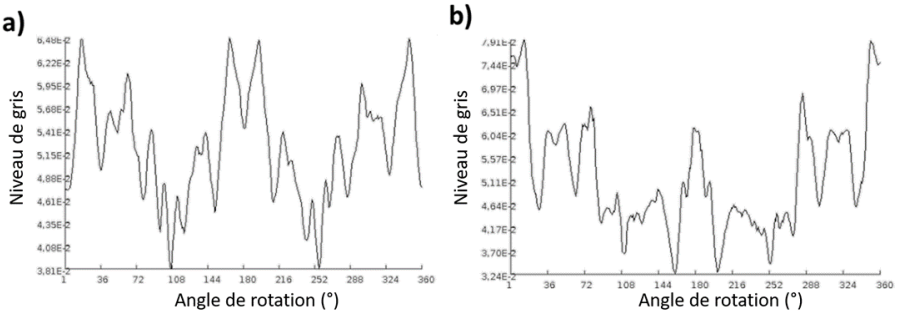

FIGURE 3.5 – a) Profil Si pour les conditions 7kV 10° b) Profil Al pour la même orientation prise aléatoire à 7kV 10°. Les profils ont été normalisés par une norme euclidienne

Maintenant que la différence des profils a été vérifiée, pour certaines orientations, l'objectif est de montrer la possibilité de discriminer ces phases lors d'une indexation eCHORD. Pour cette étude des séries virtuelles ont été utilisées. Pour avoir un nombre d'orientations importantes sans perdre du temps dans l'indexation, chaque pixel représente un grain avec une orientation prise aléatoirement dans la zone fondamentale. L'étape de création d'une microstructure réaliste par maillage Voronoi n'est pas réalisée, et donc un pixel correspond à une unique orientation. Une série virtuelle a été ainsi construite pour la phase d'aluminium avec 1000 pixels et donc 1000 orientations (carte de 100x10pixels). Une série virtuelle de silicium a également été construite avec les mêmes orientations donnant aussi une sé-

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

rie virtuelle de 100x10 pixels. Finalement, une grande série virtuelle est obtenue avec les dix premières lignes correspondant à la phase d'aluminium et les dix dernières à la phase de silicium (figure 3.6.a). Dans un premier, seulement le contraste a été modifié puis une normalisation euclidienne a été appliquée. Cette série a été indexée avec deux bases de données, une de 6 millions de profils d'aluminium et une autre de 6 millions de profils de silicium. La figure 3.6.b montre la cartographie d'orientation obtenue en sortie d'indexation. La cartographie de phase obtenue en sortie est présentée plus tard.

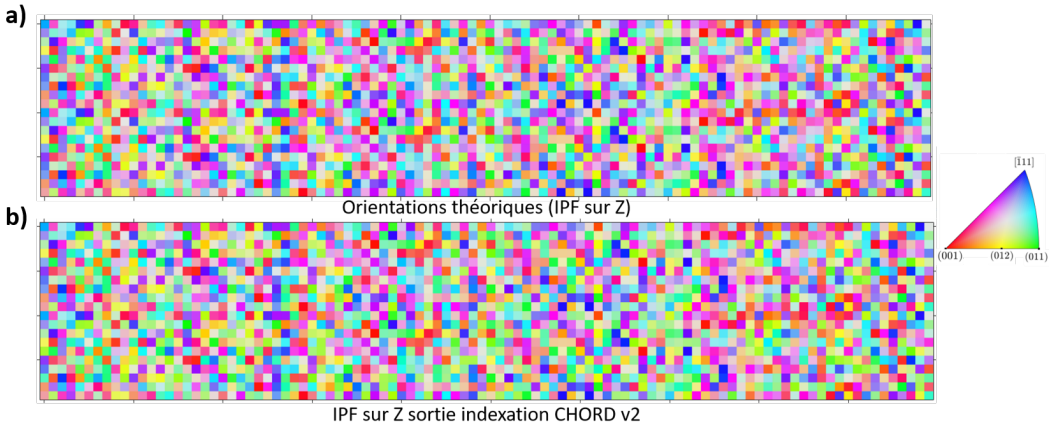

FIGURE 3.6 – a) IPF brute, cartographie de référence de la série virtuelle de référence avec les dix premières lignes représentant une orientation aléatoire de la phase aluminium et les dix dernières des mêmes orientations de la phase Si pour 7kV 10°, b) IPF obtenu après indexation des profils de la série virtuelle avec une base de 6M Al et 6M Si.

Les résultats confirment une indexation correcte aux niveaux des orientations lorsque deux bases de deux phases différentes sont mises en entrée. Or ces cartes permettent seulement de voir une tendance car il est difficile de déceler les différences entre la carte théorique de référence et celle obtenue en sortie de CHORDv2. Pour mieux comparer les résultats obtenus avec la cartographie de référence, une cartographie de désorientation pixel à pixel entre les deux cartographies a été construite (figure 3.7). Pour chaque pixel, donc chaque orientation, l'angle de désorientation a été calculé avec l'orientation de référence (figure 3.6.a) et l'orientation trouvée lors de l'indexation (figure 3.6.b).

Sur cette cartographie de désorientation 104 pixels sur les 2000 ont une désorientation au-dessus de 10°. Ces résultats se retrouvent aussi en figure 3.8, sur la distribution des désorientations. Cela implique que 104 pixels sont potentiellement mal indexés ce qui correspond à 5,2% d'erreur. Certaines erreurs peuvent se retrouver sur les couleurs des cartes IPFz. Les erreurs se retrouvent principale-

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

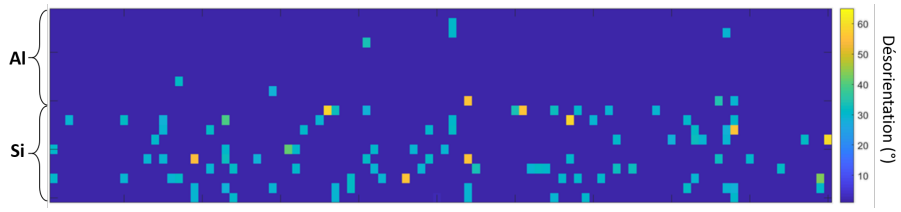

FIGURE 3.7 – Cartographie représentant les angles de désorientation entre les orientations de références et celles trouvées en sortie d'indexation avec des bases 6M Al et 6M Si de la série virtuelle

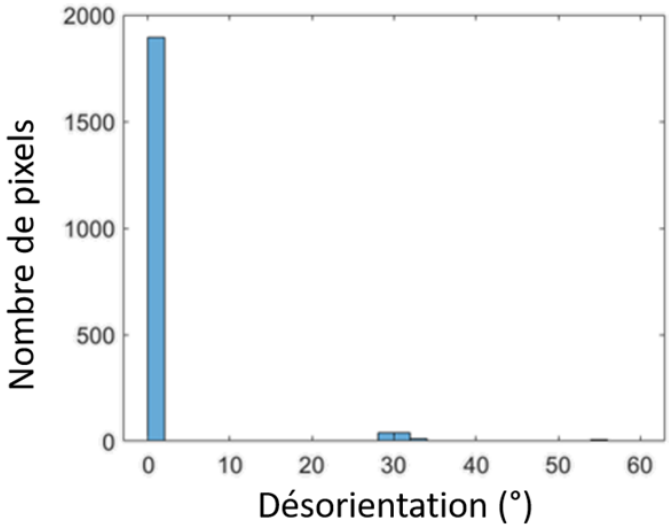

FIGURE 3.8 – Distribution de la désorientation

ment dans la phase de silicium car seulement 10 pixels sont mal indexés dans la phase d'Aluminium concernant les orientations.

Pour deux pixels possédant une désorientation supérieure à 10°, les profils théoriques et expérimentaux ont été tracés en figure 3.9. Pour un pixel donné, le profil théorique et le profil expérimental possèdent des pics caractéristiques pour les mêmes angles de rotation. En effet sur la figure 3.9.a, les deux profils possèdent un pic à 290°. Par contre les orientations trouvées sont éloignées, avec une désorientation supérieure à 10°. Il s'agit alors d'une erreur d'indexation. Cela signifie que pour cette orientation, il existe une autre orientation qui présente un profil similaire et qui a été retenue lors de l'étape de recherche dans la base de données. L'orientation qui ressort pour ce pixel est alors erronée. Cette analyse sur les séries virtuelles permet alors d'identifier les orientations éloignées qui possèdent un profil similaire. Comparer ainsi les profils d'une base permettrait alors d'identifier toutes

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

les orientations qui possèdent une distance faible avec une autre orientation qui possède pourtant une désorientation supérieure à 5°. Il y a alors un risque d'erreur d'indexation pour tous les pixels associés à une de ces orientations. Cela peut être pris en compte pour établir un indice de confiance ou alors pour affiner les bases de données en ajoutant des orientations proches de celles qui peuvent poser problème. En effet, augmenter la taille de la base de données réduit le nombre d'erreurs (figure 3.10). Ainsi en doublant la taille de la base 4 erreurs d'indexations disparaissent passant alors de 94 à 90 pour le silicium. Ajouter des orientations voisines à celles présentant un risque pour l'indexation permettrait alors d'éviter certaines erreurs. Cela reviendrait à mailler l'espace des orientations différemment. Néanmoins le nombre d'erreurs n'a été réduit que de 4% environ en doublant la taille de la base de données.

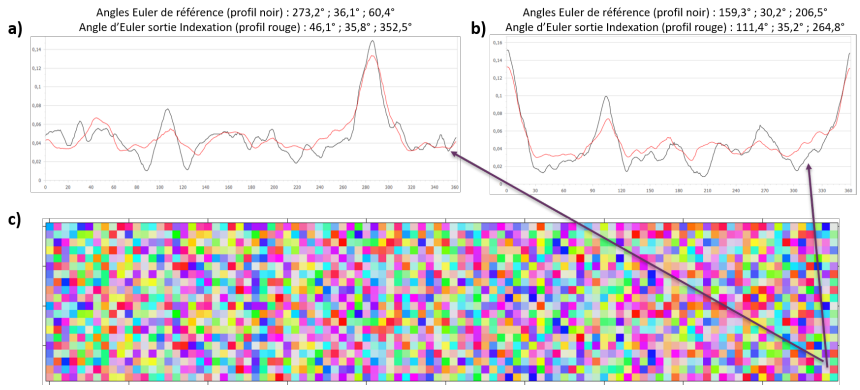

FIGURE 3.9 – a) Profils de référence en noir et profil trouvé en rouge sur un pixel qui a une désorientation au dessus de 10°, b) Autre profils de référence et profils théorique pour un pixel également qui possède une désorientation au dessus de 10° entre orientation de référence et orientation trouvée, c) Cartographie IPF Z

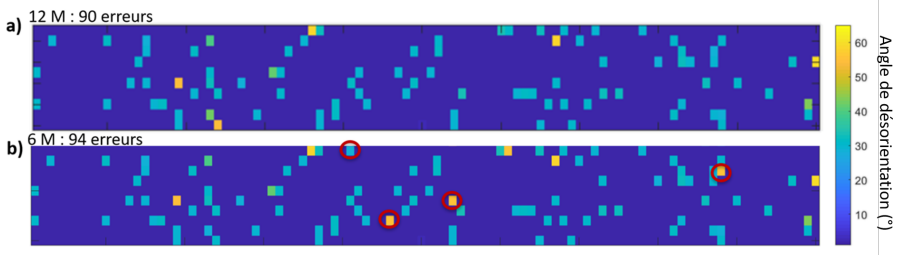

FIGURE 3.10 – Cartographie de désorientation entre les orientations de référence sur la phase Silicium uniquement et celles issues d'une indexation avec a) Une base de 12 millions de profils issue d'orientation aléatoires, b) Une base de 6 millions de profils aléatoires. Les pixels qui sont corrigés suite à une indexation avec une base de données à 12 millions de profils de Si sont entourés en rouge.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

En ce qui concerne la discrimination de phase, la cartographie de phase en sortie d'indexation est présentée en figure 3.11. Seulement 14 pixels ne sont pas associés à la bonne phase soit 0,7% d'erreur. En effet, la carte de phase de référence possède les dix premières lignes en Aluminium et les dix dernières en silicium or après indexation trois pixels apparaissent indexés comme du silicium dans les dix premières lignes et 9 sont mal indexés dans la phase de silicium. De plus, les erreurs de phases ne correspondent pas aux pixels présentant des erreurs d'orientations.



FIGURE 3.11 – Cartographie de phase après indexation CHORD avec une base 6M Al et 6M Si sur la série virtuelle pour des conditions de 7kV 10°. La phase d'aluminium correspond au rouge et la phase de silicium au vert.

En théorie, les profils permettent donc de remonter à la phase avec quelques erreurs possibles qui restent moins nombreuses que celles observées pour une acquisition EBSD. De plus, cela est vérifié pour un cas critique.

Pour la suite, la robustesse de la méthode a été testée en rentrant des profils bruités. La cartographie de référence reste la même, mais les profils de la série virtuelles ont été bruités. Un bruit gaussien a été appliqué figure 3.12 avec comme paramètres : 2 et 100 pour la moyenne et la variance. La nouvelle série virtuelle bruitée obtenue a de nouveau été indexée avec les mêmes bases que précédemment, Al 6 millions et Si 6 millions, et les mêmes conditions. Les figure 3.13 et figure 3.14 montrent les nouveaux résultats obtenus sur les orientations en sortie d'indexation et la figure 3.15 montre la nouvelle cartographie de phase en sortie.

Seule la carte de désorientation et leur distribution sont présentées, pour voir les différences entre la carte de référence et les résultats en sortie. Il y a moins de pixels présentant un angle de désorientation au dessus de 10° cette fois-ci.

Des erreurs d'orientations sont présentes comme observées en figure 3.13. Or, seulement 39 pixels sont potentiellement mal indexés avec une désorientation autour de 30°, avec les orientations de références. Cela amène à une erreur de 2% ce qui est plus faible que pour les profils indexés non bruités.

De même, la cartographie de phase montre, cette fois-ci encore, moins d'erreur de discrimination

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

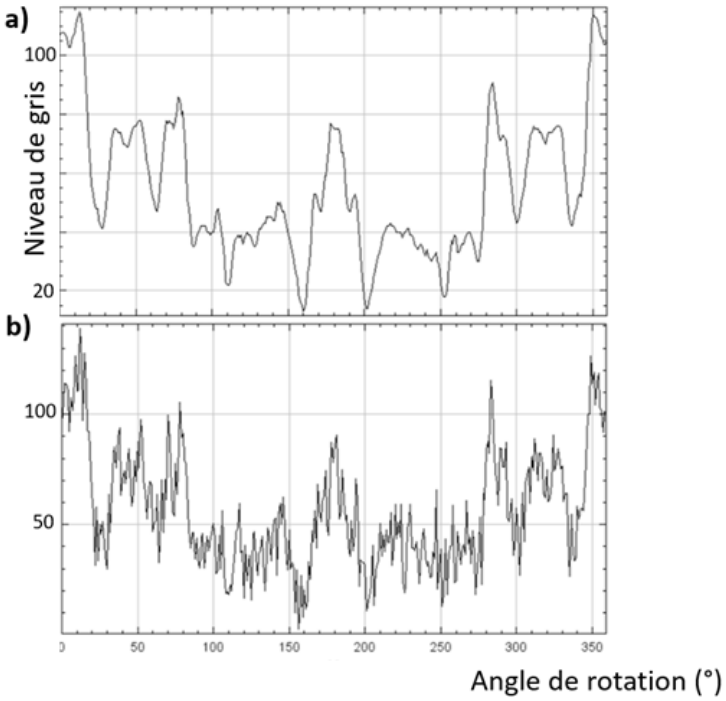

FIGURE 3.12 – a) Exemple d'un profil d'aluminium de la série virtuelle b) Ajout d'un bruit gaussien sur ce profil de variance 100 et moyenne 2



FIGURE 3.13 – Cartographie de désorientation entre les orientations de références et les orientations issues de l'indexation avec des bases de 6 millions de profils Al, 6 millions de profils Si, de la série virtuelle bruitée

de phase, 3 pixels, donc 3 orientations sont mal discriminées. Ces 3 pixels mal discriminés pour la phase étaient également mal discriminés pour les profils non bruités. L'erreur passe pour la discrimination de phase à 0.15% pour les profils bruités. Ajouter du bruit et des artéfacts aux profils permet de mieux discriminer les phases, ce qui semble contre-intuitif. En effet, en observant les profils en figure 3.12, le bruit ajouté au profil (b) fait osciller les valeurs des intensités autour des valeurs du profil de référence. Finalement, des profils sont analysés, d'un pixel qui est mal indexé sans bruit puis indexé correctement en ajoutant un bruit (figure 3.16). Les deux images, bruitée et non bruitée, possèdent le

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

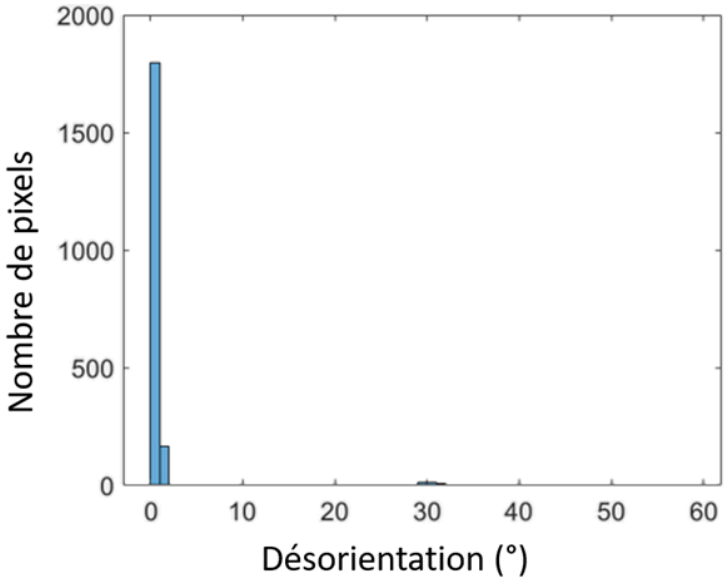

FIGURE 3.14 – Distribution de la désorientation entre les orientations de référenes et les orientations issues de l'indexation avec des bases de 6 millions de profils Al, 6 millions de profils Si, de la série virtuelle bruitée

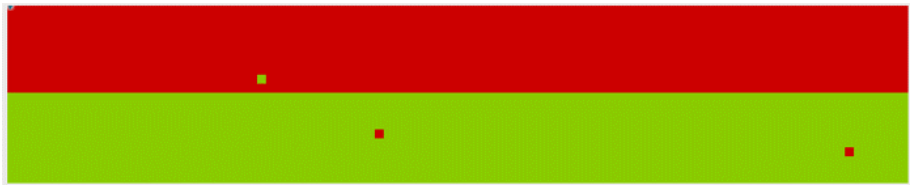

FIGURE 3.15 – Cartographie de phase en sortie d'indexation de la série virtuelle bruitée

même contraste en entrée donc les profils de référence se superposent (figure 3.16.c). De plus, le profil théorique, qui à une orientation identique à celle de référence, présente une plus grande différence dans la valeur du maximum pour le plus grand pic (figure 3.16.b). Les plus petits pics suivent, quant à eux, le profil bruité. La figure 3.16 montre que le profil en entrée possède des valeurs d'extrema différentes du profil qui lui est associé. Les profils sont normalisés de la même façon avec une norme euclidienne. En revanche, le contraste et la brillance de la série virtuelle ont été modifiés pour optimiser le contraste de la série sans qu'un pixel ne soit saturé. Ainsi, après normalisation, les profils ne sont pas identiques et c'est ce qui cause les erreurs d'indexation pour ce cas. Les profils bruités semblent moins impactés par cette différence de contraste.

Les profils qui ont servi à créer la série virtuelle, ont été ajoutés à la base de données de 6 millions

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

de profils, pour une nouvelle indexation. Lors de cette indexation les mêmes erreurs d'indexation apparaissent. De plus, lorsque l'indexation est effectuée en normalisant tous les profils par une norme $MinMax$ alors il n'y a plus d'erreurs d'indexation (voir figure 3.17). L'inconvénient de cette normalisation provient du temps de calcul qui passe de 19 minutes pour 1000 orientations à 2 heures pour l'indexation.

Un profil $P = (P_1, P_2, ..., P_N)$ donne un profil P_{norm} avec une normalisation $MinMax$ si quelque soit j appartenant à [1,N] :

$$P_{norm}(j) = \frac{P_j - \min_{i\epsilon[1,N]}(P_i)}{\max_{i\epsilon[1,N]}(P_i)} \tag{3.1}$$

Le contraste pourrait alors être pris en compte pour l'indexation pour éviter de dépendre des normes. En effet pour une orientation, un profil est simulé. Le contraste de ce profil peut être modifié. Ainsi, pour chaque orientation plusieurs profils peuvent être considérés, avec différents contrastes. Ceci aurait aussi l'inconvénient d'augmenter la durée de calcul. Une autre solution consiste à vérifier le contraste des profils théoriques par rapport aux profils simulés sur plusieurs orientations indexées, ensuite d'ajuster les contrastes des profils simulés ou théoriques pour la suite de l'indexation. Il en résulte tout de même que normaliser avec une norme $MinMax$ ou une norme qui centre les valeurs autour de 0 permet également d'éviter le problème de contrastes qui sont différents en entrée d'indexation.

Cette étude théorique montre qu'il est possible en théorie de discriminer des phases, ici la phase Al et la phase Si, à partir des profils eCHORD. La phase de silicium qui a une cristallographie proche de celle d'aluminium, créant des erreurs pour la discrimination avec l'EBSD, peut être discriminée par les profils eCHORD. Cela permet d'imaginer une bonne discrimination de phase, pour discriminer d'autres phases (qui génèrent moins d'erreurs à l'EBSD) également avec les profils eCHORD.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

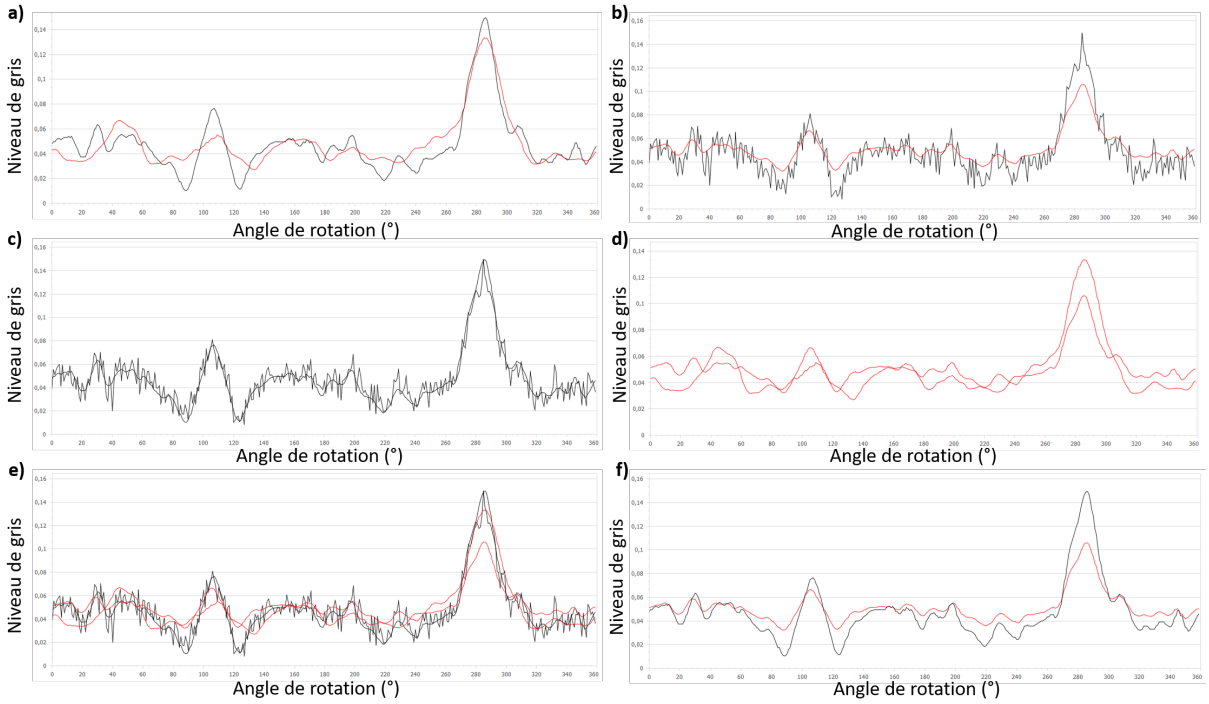

FIGURE 3.16 – a) Noir : profil de référence en entrée, Rouge : profil théorique associé (erreur d'indexation), b) Noir : Profil de référence bruité, Rouge : profil théorique associé, c) Les deux profils de références bruité et non bruité, d) Les deux profils théoriques associés aux profils de références, e) Les deux profils de référence avec leur profil théorique associé, f) Noir : profil de référence, Rouge : profil théorique associé au profil de référence bruité. Tous les profils sont normalisés par une norme euclidienne.

Ce qu'il faut retenir

L'étude théorique montre qu'il est possible de discriminer une phase de silicium et d'aluminium lors d'une indexation CHORD. Quelques erreurs apparaissent en sortie mais moins nombreuses que ce qui a pu être observé expérimentalement à l'EBSD. De plus lors d'un ajout de bruit sur les profils, la quantité de pixels erronés diminue. Le norme utilisée peut aussi jouer un rôle sur le nombre d'erreurs d'indexation suivant le contraste de la série d'images.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

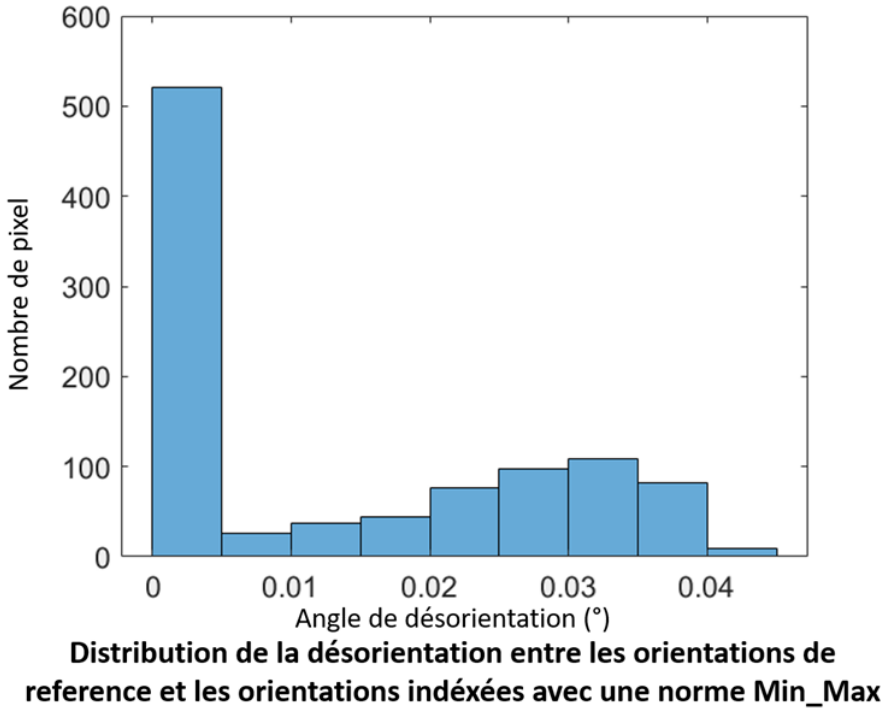

FIGURE 3.17 – Distribution des désorientations calculée pixel par pixel entre les orientations de référence et les orientations indéxées avec une norme MinMax sur la phase de silicium.

3.2.2 Phase Aluminium et Mg2Si

Afin de s'assurer que la discrimination de phase fonctionne avec une autre phase que le silicium et l'aluminium, une étude théorique sur des précipités de Mg_2Si a été réalisée. Les précipités Mg_2Si ont aussi une structure cristallographique cfc.

Une cartographie virtuelle avec 10 lignes de la phase d'aluminium (1000 pixels) et 10 lignes de la phase de Mg_2Si (1000 pixels) a été construite. De la même façon, chaque pixel représente une orientation aléatoire figure 3.18. Une série virtuelle est construite à partir de cette cartographie virtuelle. La série est ensuite indexée avec des bases de la phase Al et Mg_2Si, composées de 2 millions de profils chacune avec les profils normalisés par une norme Euclidienne. Une base de 2 millions de profils était suffisante ici pour avoir des indexations correctes.

Après indexation de la série virtuelle, les différents résultats en figure 3.19 sont obtenus.

Les résultats montrent une discrimination de phase parfaite entre la phase d'aluminium et celle de Mg_2Si pour les 2000 orientations choisies. Néanmoins, 5 pixels présentent encore une désorientation

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

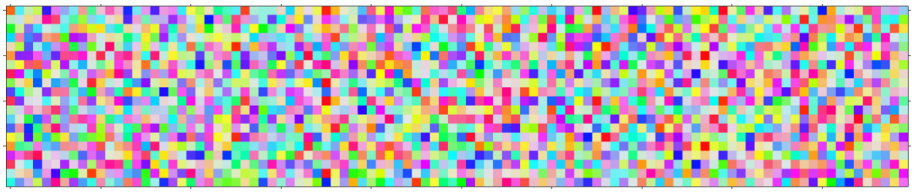

FIGURE 3.18 – Cartographies (virtuelle) IPFZ de référence avec un pixel représentant une orientation aléatoire

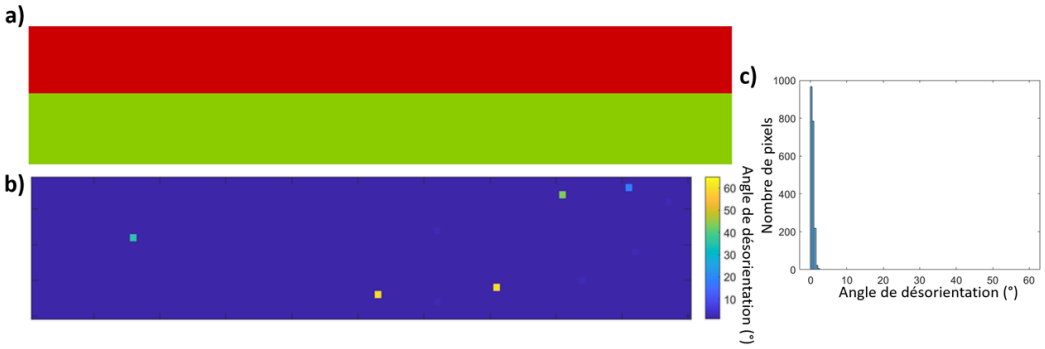

FIGURE 3.19 – a) Cartographies de phase après indexation, avec en rouge la phase Al et en vert la phase Mg_2Si, b) Carte de désorientation entre les orientations en sortie du logiciel d'indexation et les orientations de références, c) Distribution de la désorientation entre les orientations en sortie du logiciel d'indexation et les orientations de références.

supérieure à 10°. Ces erreurs d'indexations sont expliquées plus en amont.

Ce qu'il faut retenir

Une étude sur la discrimination théorique des phase Al et Si puis Al et Mg_2Si montrent que la méthode eCHORD permet de discriminer ces phases lors de l'indexation des profils avec peu d'erreurs d'orientation pour les phases Al et Si et les phase Al et Mg_2Si. L'étude sur les phases a permis de confirmer que la discrimination marchait en théorie.

3.3 Etude expérimentale

Il a été montré que la discrimination de phases est en théorie faisable avec eCHORD, cette section montre à présent les résultats sur des séries expérimentales. L'étude est toujours menée sur les phases Al et Si car cela permet d'avoir un contraste chimique suffisamment proche afin d'observer

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

une variation d'intensité dans les précipités et la matrice simultanément, pour les mêmes réglages du microscope. Cela permet de ne réaliser qu'une seule acquisition.

3.3.1 Discrimination des phases Si et Al dans un alliage 6111 avec la méthode eCHORD

Une série d'images eCHORD a été acquise sur un échantillon d'alliage d'aluminium 6111 contenant des phases intermétalliques de silicium. Il s'agit du même échantillon que celui utilisé pour les résultats EBSD plus haut en sous-section 3.1.1. L'échantillon a été poli mécaniquement jusqu'à 1 micromètre puis avec une solution Mastermet2. L'acquisition a été réalisée avec une tension de 10kV et un angle d'inclinaison de 10°. Un pas de 3° a été choisi pour acquérir les images. Des images de la série sont présentées en figure 3.20 pour une rotation de 0°, 90°, 180°, et 270° correspondant à la première image de la série, la trentième, la soixantième et la quatre-vingt-dixième. La série a par la suite été alignée avec l'algorithme MultistackReg, puis l'effet d'ombre a été enlevé en retirant la première composante de la transformée de Fourier [2]. Enfin, la série a été indexée avec deux bases de 6 millions de profils d'aluminium et de silicium pour obtenir une cartographie d'orientation et une cartographie de phase. Les profils ont été normalisés avec une norme euclidienne centrée. Cette normalisation a été choisi car elle évite les erreurs d'indexation liées aux contrastes des profils, présentées en sous-section 3.2.1. Elle est aussi plus rapide en temps de calcul que la norme $MinMax$.

Comme présenté précédemment, les grains de quelques micromètres appartiennent à la phase Si et les autres à la matrice Al. Une acquisition EBSD a été réalisée sur la même zone pour comparer les deux techniques. Pour l'EBSD, l'acquisition a été réalisée à 15kV, une inclinaison de 63,7° avec un pas de 190 nm pour une taille de 968 x 747 pixels avec un temps d'exposition de 12 ms, soit un temps d'acquisition d'environ 2 heures contre 30 minutes pour l'acquisition eCHORD. Les cartographies d'orientation issues de l'acquisition CHORD et EBSD sont présentées en figure 3.21.

Les cartographies présentent quelques différences d'orientations pour certains grains. Ceci provient d'erreurs d'indexation.De plus, un filtre a été appliqué sur les grains de moins de 40 pixels pour éviter un bruit sur les orientations, qui est visible sur la matrice. Ce filtre fait disparaître quelques précipités. Les cartographies de phases brutes sont présentées en figure 3.22.

La cartographie de phase issue de l'EBSD présente plus de 'bruit' dans la discrimination de phase. En

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

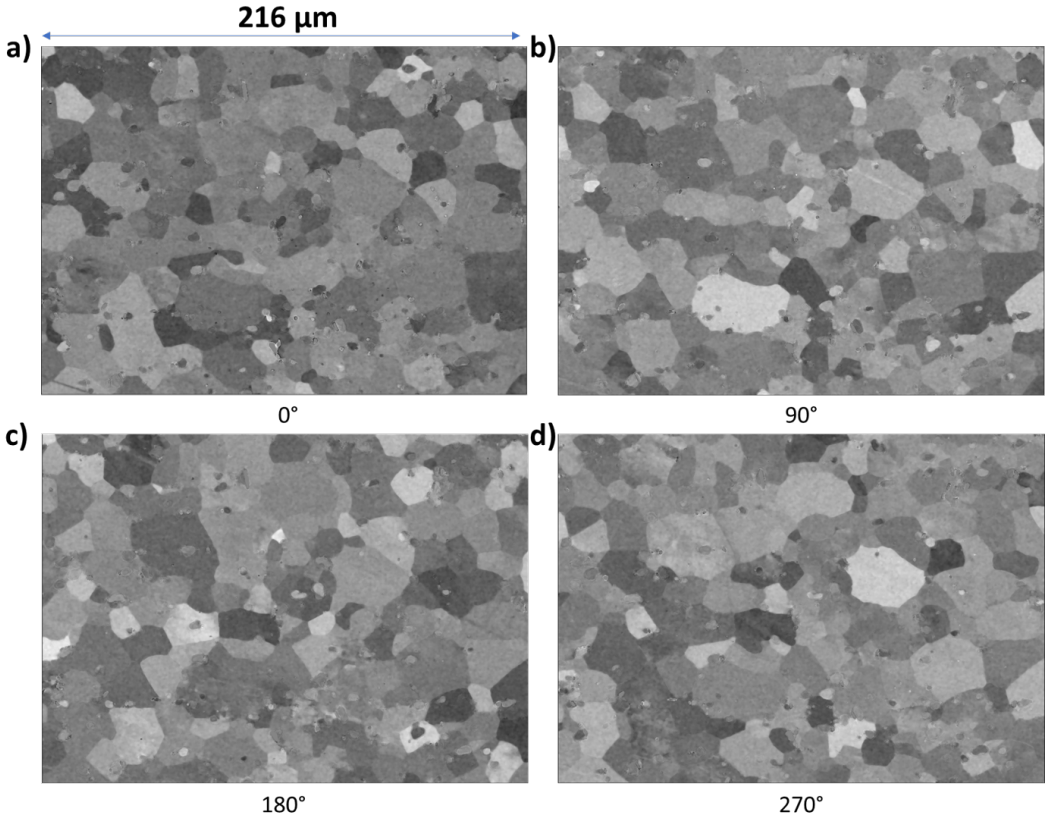

FIGURE 3.20 – Images de la série eCHORD acquise sur l'alliage Al6111 à 10°,10kV pour une rotation de a)0°, b)90°, c)180°, d)270°.

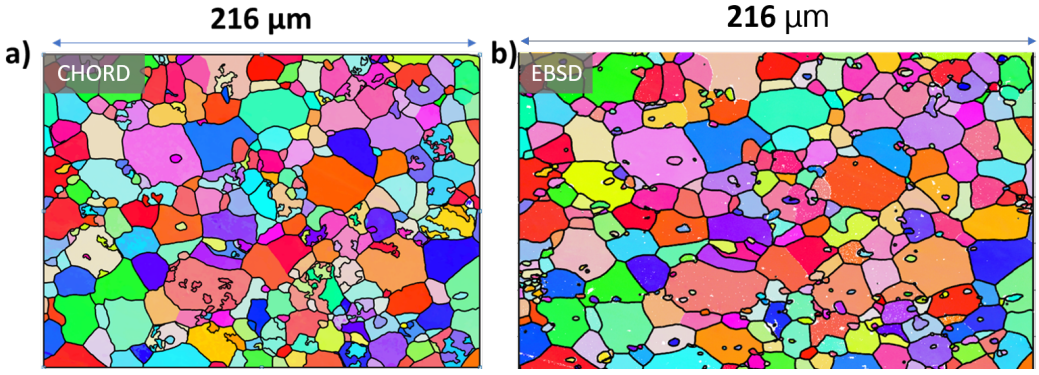

FIGURE 3.21 – Cartographie d'orientation d'un Al 6111 a) IPF Z eCHORD à 10kV 10°, un filtre a été appliqué sur les grains de moins de 40 pixels pour éviter un bruit sur les orientations, visible sur la matrice, mais cela fait disparaître quelques précipités b) IPF Z EBSD

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

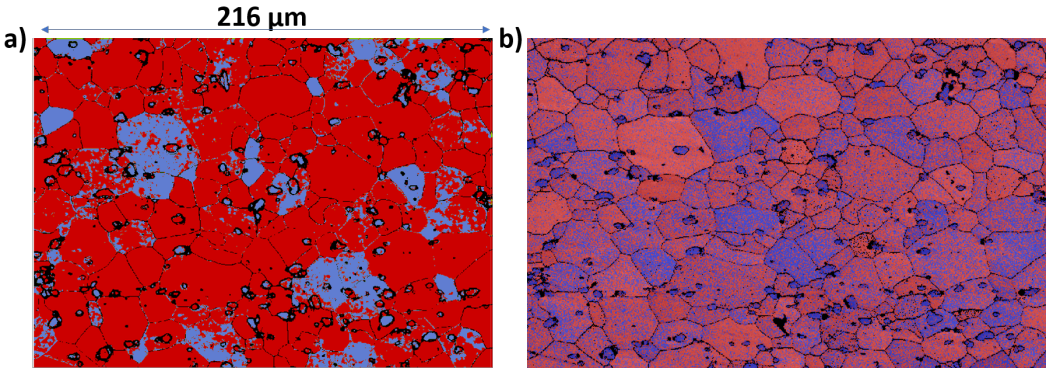

FIGURE 3.22 – Cartographie de phase avec en rouge Al et en bleu : Si a) issue de eCHORD à 10kV 10° b) issue de l'EBSD

effet, dans un même grain des pixels sont considérés comme faisant partie de la phase Al et d'autres de la phase Si, tandis que sur la cartographie de phase d'eCHORD la majorité des grains est uniforme. Encore une fois la majorité des grains est correctement discriminée sur la cartographie de phase eCHORD alors que tous les grains d'aluminium sur la cartographie EBSD apparaissent indécis. Il n'est alors pas possible de dire si un grain appartient à une phase ou une autre en regardant la figure 3.22.b uniquement. Néanmoins, les précipités apparaissent globalement de la couleur de la phase de silicium (bleu ici). De plus, sur la cartographie de phase eCHORD, les erreurs sur les discriminations de phases correspondent généralement aux grains sur lesquels les orientations sont en désaccords avec l'EBSD. Il y a beaucoup de grains mal discriminés par rapport à ce qui était attendu, plus de 5% pour la matrice d'aluminium, après l'étude théorique, où un pourcentage d'erreur aux alentours de 0,15% était espéré.

Une autre acquisition a été réalisée sur le même échantillon en changeant la méthode de préparation. Il a été poli mécaniquement jusqu'à 1 micromètre puis il a subi un polissage électrochimique avec une solution contenant du méthanol et de l'acide nitrique à -25°C avec une tension de 9V, et un temps de 15s. L'acquisition a ensuite été réalisée à 7kV et 15° avec un pas de 2°. Elle est présentée en figure 3.23.

La figure 3.23 montre que l'électropolissage a attaqué davantage la matrice que les grains, perturbant le contraste autour des précipités avec un effet d'ombre. Néanmoins, en observant les résultats en figure 3.24, les phases sont discriminées correctement, malgré quelques erreurs sur des précipités. Dans ce cas, il n'y a pas d'orientations qui posent de difficultés pour la discrimination de phase. La tension d'accélération, l'inclinaison de l'échantillon, la préparation des échantillons, le contraste sur

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

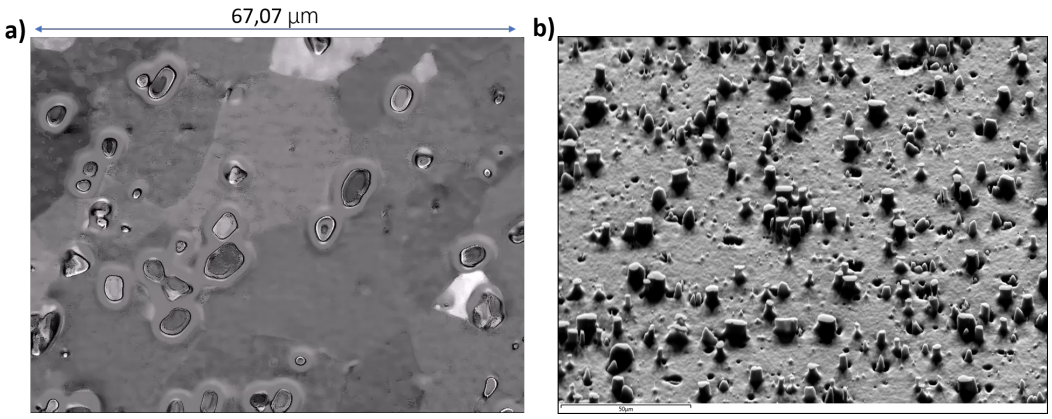

FIGURE 3.23 – a) Première image de la série acquise à 7kV 15° b) Aperçu des précipités qui ne sont pas coplanaires avec la matrice pour une inclinaison de 70°, observés avec des SE.

les séries et aussi les orientations des grains sont différents par rapport à l'acquisition précédente.

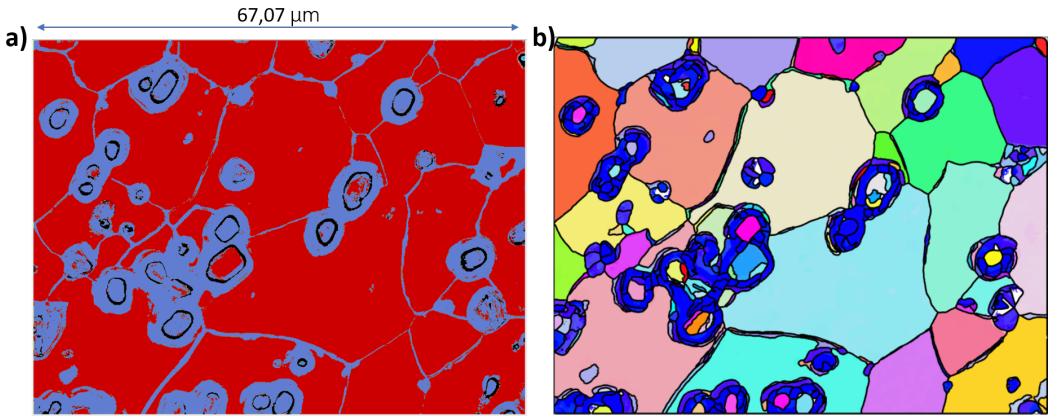

FIGURE 3.24 – a) Cartographie eCHORD de phase de la série acquise à 7kV 15° sur l'alliage 6111 b) Cartographie IPF Z avec en bleu foncé les pixels non indexés autour des précipités.

Ce qu'il faut retenir

En comparant les résultats expérimentaux aux résultats théoriques, il en résulte un plus grand nombre d'erreurs dans la discrimination de phase que ce qui était attendu.

La prochaine section tentera de déterminer d'où proviennent les différences entre ce qui est attendu avec les résultats théoriques et les résultats expérimentaux et comment les identifier.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

3.3.2 Etude des différences

L'objectif de cette section est de déterminer d'où proviennent les erreurs observées expérimentalement lors de l'indexation eCHORD, afin d'établir un indice de qualité. Dans un premier temps, il est intéressant de savoir si les profils expérimentaux sont assez représentatifs d'une orientation ou s'ils ont été trop modifiés par traitements d'images ou si l'indexation nécessiterait plus de profils dans la base de données. Pour simplifier, dans un premier temps, il serait intéressant de déterminer si les erreurs proviennent des conditions d'acquisitions, des traitements d'images ou de l'indexation et de la modélisation des profils théoriques.

L'idée est de comparer les profils eCHORD expérimentaux aux profils théoriques associés pour chaque pixel. Pour ce faire, les profils théoriques sont créés à partir des orientations issues de l'EBSD afin de créer une série virtuelle. Cela permet de construire une série virtuelle (figure 3.25) avec des profils qui, lors d'une indexation, fournirait exactement les mêmes cartographies qu'en EBSD en théorie. Ensuite, à chaque pixel, le produit scalaire (dot), entre le profil de la série virtuelle créée et le profil expérimental eCHORD est calculé.

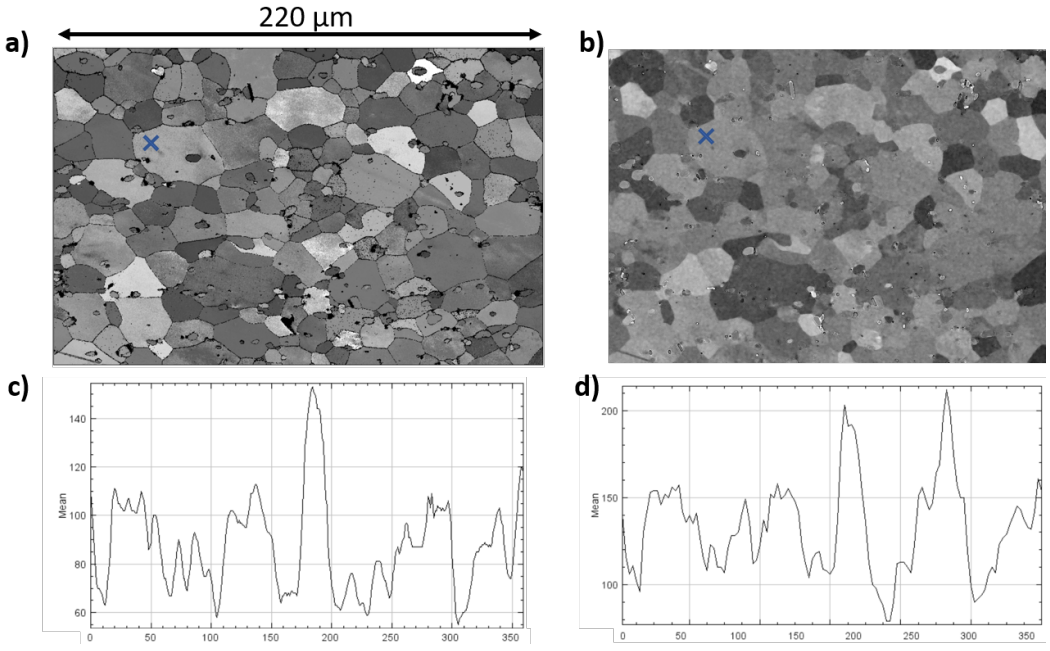

FIGURE 3.25 – a) Première image de la série virtuelle créée à partir des orientations trouvées en EBSD, b) Première image de la série expérimentale eCHORD, c) profil correspondant au point bleu de la série virtuelle d) profil du même point de la série expérimentale.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

En observant la série expérimentale et la série virtuelle créée à partir des orientations EBSD, les contrastes d'intensité sont cohérents entre les deux. En effet, les grains qui apparaissent plus clairs sur l'une sont également plus clairs sur l'autre. Lorsque les profils sont affichés (figure 3.25 c et d), ils présentent des différences notamment sur l'intensité de certains pics, comme celui observé aux alentours de 280° pour le point choisi. Cette différence peut provenir de l'orientation de l'échantillon qui n'est pas exactement identique entre l'acquisition EBSD et l'acquisition eCHORD. En effet, l'échantillon doit être enlevé de la surplatine pour être monté sur un porte-objet spéciale pour l'EBSD. Il en résulte un décalage de quelques degrés sur les orientations qui entraîne des différences significatives sur les profils observés. Ceci est dû à la grande sensibilité des profils par rapport à l'orientation.

La prochaine étape est de déterminer si les distances (1-dot) entre ces profils sont inférieures aux distances calculées entre les profils expérimentaux et leurs profils théoriques issus de la base de données. Ces dernières distances sont obtenues lors de l'indexation avec des bases de 6 millions Al et Si. Cette comparaison permet de déterminer si les différences entre les cartographies d'orientation eCHORD et EBSD apparaissent lors de l'indexation. Les résultats sont montrés en figure 3.26. Ainsi est-ce que les distances peuvent servir à déterminer un indice de qualité ? Les distances considérées sont celles entre un profil expérimental et son profil théorique associé lors de l'indexation.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

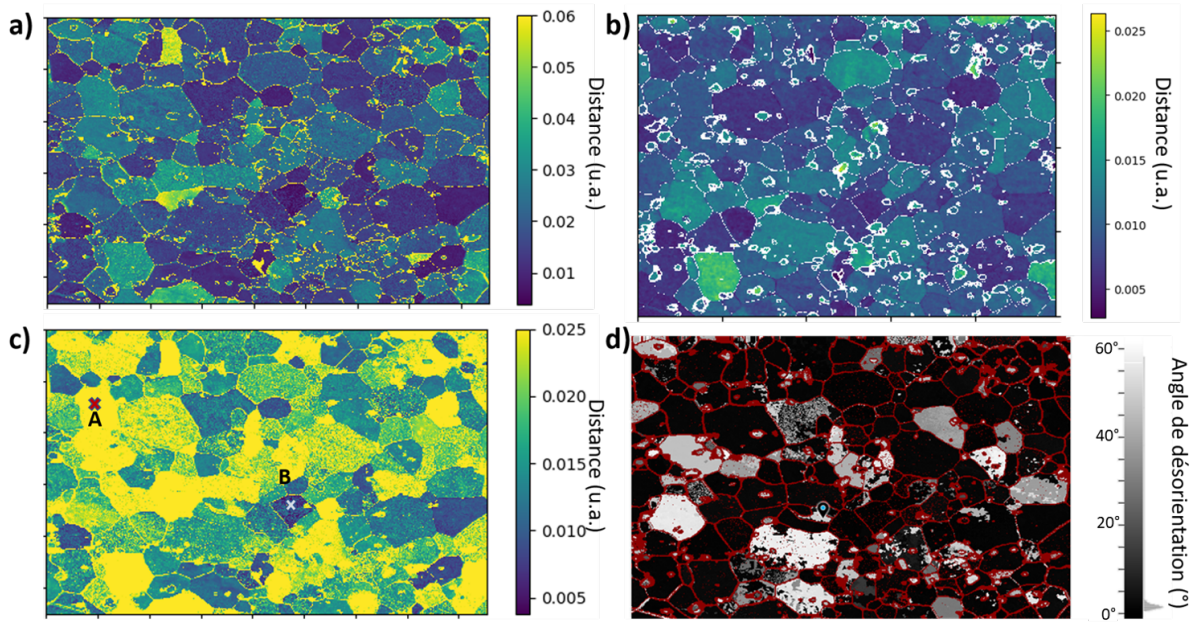

FIGURE 3.26 – a) Carte des distances entre les profils expérimentaux et les profils virtuels issus des orientations EBSD b) Carte de distance entre les profils expérimentaux et les profils théoriques retenus de la base de donnée de 6 millions de profils lors de l'indexation eCHORD, les pixels non indexés sont affichés en blanc c) Carte a) avec la même échelle que la carte b), d) Cartographie de désorientation entre les orientations issues de l'indexation de la série simulée à partir des orientations EBSD et les orientations en sortie d'indexation de la série issue de l'acquisition expérimentale eCHORD, les pixels non indexés apparaissent rouge.

La figure 3.26.a montre des distances plus élevées aux joints de grains provenant du fait que la carte EBSD a due être traitée pour faire la même taille que celle de eCHORD avec les joints de grains sur les même pixels. Ceci a été fait pour pouvoir comparer deux pixels, aux mêmes positions sur les deux cartes, qui correspondent au même point sur l'échantillon. Le traitement a été réalisé avec ImageJ [4] directement sur la série virtuelle créée à partir de la cartographie d'orientation. Dans un premier temps la zone commune entre la série expérimentale et la série virtuelle a été finement sélectionnée. Ensuite, la taille de l'image a été réduite en prenant la moyenne des intensités, pour avoir la même taille en pixel que l'acquisition eCHORD. Enfin, les images ont été alignées avec la première image de la série expérimentale avec l'algorithme MultiStackReg [5]. Il en résulte tout de même que les profils sont différents vers les joints de grains car les distances les plus élevées se retrouvent sur des pixels aux joints de grains.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Pour la série expérimentale (figure 3.26.b) les pixels non indexés apparaissent blancs et se trouvent aux joints de grains également. Les distances sont majoritairement plus faibles en comparant les profils expérimentaux avec ceux trouvés dans la base de données lors de l'indexation. De plus, même si les orientations trouvées donnent la même couleur sur les IPF Z (figure 3.21) les distances peuvent être multipliées par 3 suivant l'orientation comme sur les deux points montrés en figure 3.26.c.

Pour cette série la différence des profils entre EBSD et eCHORD est assez importante, ce qui se répercute sur les orientations entre ESBD et eCHORD. La cartographie de désorientation montrent également des désorientations comprises entre 0° et 5° pour les orientations correctement indexées. Cette désorientation est issue de la différence de l'orientation de l'échantillon entre les acquisitions eCHORD et EBSD notamment. Certains grains, quant à eux possèdent des erreurs d'indexation et dans ce cas, ils possèdent une désorientation supérieure à 5°, c'est le cas pour une quinzaine de grains sur la matrice d'aluminium, sur 300 grains environ, soit 5%. Or la figure 3.26 montre que les distances seules ne suffisent pas à repérer les erreurs d'indexation. En effet, des grains avec une erreur d'indexation possèdent des distances plus petites que certains grains correctement indexés.

3.3.3 Conclusion sur les erreurs d'indexation

Les paramètres d'acquisitions sont à optimiser pour avoir des profils nécessitant le moins de traitement par la suite, diminuer le bruit, réduire le pas entre l'acquisition de deux images. De plus, un plus petit angle d'inclinaison et un grandissement plus élevé permettraient de se passer du filtre sur la transformée de Fourier supprimant l'effet d'ombre, modifiant les profils [2]. Ceci peut aussi expliquer les fortes différences entre les profils virtuels et expérimentaux. Enfin, une étude pour optimiser ces paramètres, permettrait de réduire les erreurs d'indexation et de se rapprocher des erreurs trouvées sur les séries virtuelles. Mais encore, il est possible d'identifier les orientations pouvant amener à des erreurs d'indexation grâce à des calculs de distance entre les profils d'une base de données. Les orientations présententant des distances plus faibles qu'une distance seuil avec une désorientation supérieure à 5°, peuvent alors recevoir un mauvais indice de qualité ou être écartée après indexation. Il serait alors possible d'afficher un indice de qualité suivant les orientations indexées ou alors d'affiner la base en ajoutant des orientations proches de ces orientations. Il a été montré que le taux d'erreur diminuait faiblement avec l'ajout d'orientation, en passant de 94 à 90 en doublant la taille de la base de données.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

La figure 3.26 montre également que les distances affichées en figure 3.26b ne suffisent pas pour établir un indice de qualité. En effet certains grains correctement indexés (en noir sur la figure 3.26.d présentent des distances plus élevées (sur la figure 3.26.b que des grains dans lesquels des erreurs d'indexation apparaissent.

3.3.4 Stratégie d'acquisition pour prendre en compte le contraste chimique

Une limite lors de l'acquisition eCHORD pour la discrimination de phase se trouve dans l'observation simultanée d'une variation de contraste de canalisation pour toutes les phases avec les mêmes réglages de brillance et de contraste. En effet, un contraste chimique vient perturber l'observation de ces contrastes issus de la canalisation des électrons. Ce contraste chimique peut saturer une phase lorsque l'opérateur optimise le contraste sur l'autre phase pour une acquisition CHORD. Pour optimiser les contrastes de canalisation, l'étude de deux phases avec un contraste chimique éloigné nécessite deux acquisitions. L'avantage est que la discrimination de phase peut se faire dans ce cas par le contraste chimique, ce qui est évident si une phase sature. La possibilité d'enregistrer des images en 16 bits permettrait alors de faciliter l'observation de deux phases en simultané, sans qu'une phase soit saturée. Néanmoins, cela n'est pas suffisant pour toutes les phases et l'effet des traitements d'images sur des profils enregistrés en 16 bits n'a pas encore été suffisamment étudié.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Ce qu'il faut retenir

Une étude sur des séries virtuelles permet de conclure que CHORD discrimine des phases lors de l'indexation, notamment les phases d'aluminium et de silicium qui sont difficilement discriminées avec l'EBSD. Elle montre également des erreurs lors de l'indexation sur des orientations. Le nombre d'erreurs sur les orientations est plus grand que celui sur la discrimination de phase. Ceci montre alors que la méthode possède une bonne capacité à discriminer des phases lors de l'indexation. Une étude expérimentale montre que les erreurs de discrimination sont plus importantes que le nombre attendu par l'étude théorique. Enfin un début d'étude essaie de déterminer comment réduire ces erreurs, expérimentalement en ajustant les conditions d'acquisitions eCHORD et également les bases de données. Enfin la limite du contraste chimique, pour la discrimination de phase avec eCHORD est montrée, ce qui pourrait nécessiter pour l'instant deux acquisitions pour obtenir les profils de deux phases.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Bibliographie

[1] Bruno Dubost and Pierre Sainfort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. *Étude et propriétés des métaux*, October 1991.

[2] Clément Lafond. *Cartographie d'orientations cristallines à partir du contraste de canalisation en microscopie électronique à balayage*. Thèse de doctorat, INSA Lyon, Villeurbanne, February 2020.

[3] M. M. Nowell and S. I. Wright. Phase differentiation via combined EBSD and XEDS : PHASE DIFFERENTIATION VIA COMBINED EBSD AND XEDS. *Journal of Microscopy*, 213(3) :296–305, February 2004.

[4] Johannes Schindelin, Ignacio Arganda-Carreras, Erwin Frise, and Verena Kaynig. Fiji : an open-source platform for biological-image analysis. *Nature Methods*, 9(7) :676–682, July 2012.

[5] P. Thevenaz, U.E. Ruttimann, and M. Unser. A pyramid approach to subpixel registration based on intensity. *IEEE Transactions on Image Processing*, 7(1) :27–41, January 1998.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 4

Etude de la taille des grains et de la fraction recristallisée : approche directe

Dans le cas des métaux, après de fortes déformations telles que le laminage ou le forgeage, la microstructure est souvent constituée de grains déformés qui présentent une quantité élevée de dislocations et de désorientations locales. Lorsqu'ils sont exposés à des températures de l'ordre de 0,3 ou 0,5 fois la température de fusion, les phénomènes de restauration et de recristallisation apparaissent. Cette recristallisation génère alors de nouveaux grains sans dislocations. De plus, ces nouveaux grains recristallisés sont souvent beaucoup plus petits que les grains déformés, donc leur impact sur les propriétés mécaniques est très différent de celui des grains non recristallisés. Par conséquent, il est d'une grande importance de déterminer avec précision le taux de recristallisation. Cela implique de caractériser finement la microstructure à différentes étapes de traitement grâce à la détermination de taille de grains et de leur morphologie.

Les cartographies d'orientation EBSD ou eCHORD fournissent notamment des informations sur la désorientation interne grâce aux cartes GROD (Grain Reference Orientations Deviation) ou Kernel Average Misorientation (KAM) [18] [7]. Ces cartes exploitent les orientations à chaque position de la région d'intérêt pour calculer des désorientations internes. Les cartes KAM donnent en sortie, pour

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

chaque pixel considéré, sa désorientation moyenne avec ses pixels voisins. De même les cartes GROD montrent, pour chaque pixel, sa désorientation avec l'orientation moyenne du grain.

Le contraste de canalisation rend les grains visibles au MEB et permet de remonter à une taille de grains. Néanmoins, le traitement d'image nécessaire pour cela n'est pas adapté aux matériaux déformés ou recristallisés [5]. Dans ce chapitre, une méthode innovante est développée pour obtenir une fraction recristallisée et une distribution de taille de grains à partir d'images BSE et sans utiliser de données d'orientation. La détermination des orientations est la plus coûteuse en temps, avec la création de la base de données et son chargement dans la mémoire vive de l'ordinateur, et le temps d'indexation. A l'intérieur de chaque grain, les variations de contraste de canalisation sont utilisées pour calculer des cartes de type GROD et de type KAM sans orientations. Cette nouvelle approche est appliquée sur une microstructure d'aluminium partiellement recristallisée. Les résultats sont ensuite comparés aux données issues des cartes EBSD conventionnelles et aux cartes d'orientation CHORD [11].

4.1 Méthode

4.1.1 Comparaison de profils

La méthode d'acquisition expérimentale utilisée est celle appliquée pour la méthode eCHORD (voir chapitre 1). Un profil d'intensité est donc attribué à chaque pixel de la région d'intérêt. Ce profil décrit la variation d'intensité en un pixel de la zone d'intérêt en fonction de l'angle de rotation. Afin d'obtenir des données de microstructure, chaque profil expérimental est comparé aux autres profils de la série d'images. Pour être comparés, les profils ont d'abord été normalisés avec une norme euclidienne. Les comparaisons ont été faites soit en utilisant un produit scalaire Dot, soit une distance euclidienne Euc, qui sont définis en (section 1.3.1).

Pour rappel la distance D pour deux profils $(P1, P2)$ est ensuite définie comme :

$$D(P1, P2) = 1 - Dot(P1, P2) \tag{4.1}$$

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

4.1.2 Lien entre distances et désorientations

Dans le cas des séries d'images ioniques, il a été montré que la désorientation entre deux pixels est liée au produit scalaire de leur profil d'intensité [13]. Un calcul similaire à celui présenté dans [13] peut être effectué dans le cas de profils électroniques. En effet, 500 orientations principales aléatoires dans la région fondamentale d'une structure cristallographique cfc ont été prises pour étudier ce lien entre distance et désorientation. Pour chaque orientation principale, 5000 orientations aléatoires sont prises avec une désorientation de 0° à 5° par rapport à cette orientation principale. Ensuite, pour toutes les orientations obtenues, une simulation du profil d'intensité est effectuée à l'aide des codes EMsoft (voir chapitre 1 ou 2). Enfin, la distance entre le profil d'une orientation principale et les 5000 profils d'intensité voisins est calculée. Reproduire ce calcul pour chaque orientation principale a permis d'obtenir 2 500 000 distances avec leurs désorientations correspondantes. Chaque distance est ensuite placée en fonction de l'angle de désorientation correspondant (figure 4.1.a).

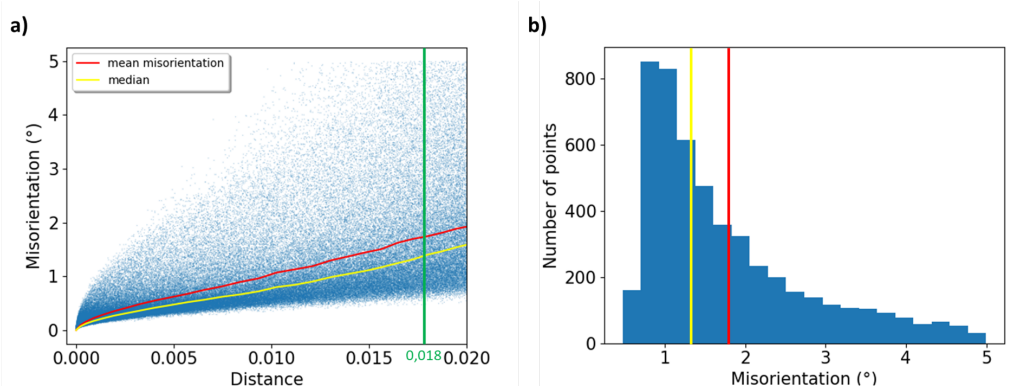

FIGURE 4.1 – a) Relation entre distance (1-dot product) et désorientation pour les profils b) Distribution de la désorientation pour une distance de : 0.018.

Les valeurs obtenues suivent l'allure d'une corne : les petites valeurs de distances correspondent à de petites plages de désorientations, alors que lorsque la distance augmente, les valeurs des désorientations correspondantes augmentent. Un exemple de distribution de désorientation pour la distance 0,018 est donné sur la figure 4.1.b. Pour une distance donnée, la plage de valeur de désorientation est grande mais une grande partie des points se situe autour d'une seule valeur. La désorientation moyenne et la désorientation médiane, mesurées pour cette distance de 0,018, sont tracées respectivement en rouge et en jaune. Ces désorientations moyenne et médiane augmentent presque linéairement

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

avec la distance (courbes rouges et jaunes respectivement sur la figure 4.1.a). Par conséquent, pour une distance donnée, une valeur de désorientation probable pourrait être attribuée. Comme chaque grain est composé de plusieurs pixels, la comparaison des valeurs moyennes ou médianes des distances expérimentales permet de déterminer la désorientation moyenne du grain. De plus, si la désorientation au sein d'un grain est plutôt faible (<5°), ce qui est souvent observé dans les alliages métalliques, l'erreur commise avec cette approximation semble acceptable.

4.1.3 Distance moyenne d'un voisinage (KAD)

Les cartes KAM consistent à tracer la désorientation de chaque pixel avec l'orientation moyenne de ses pixels voisins. Sous l'hypothèse que les distances sont équivalentes aux angles de désorientation, lorsqu'elles sont proches de zéro, une carte de type KAM peut être tracée, appelée plus tard KAD pour Kernel Average Distance. Dans ce cas, la distance entre le profil de chaque pixel et le profil moyen des pixels environnants est calculée. Une boîte de 5x5 pixels voisins a été choisie dans le cas illustré sur la figure 4.2.

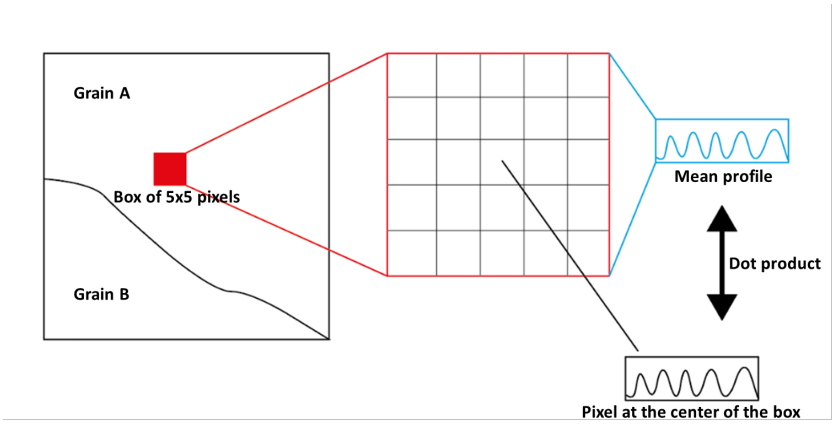

FIGURE 4.2 – Carte KAD : une boîte de pixels est sélectionnée dans la série d'images BSE (boîte en rouge), le profil moyen des pixels de la boîte est calculé. Le profil du pixel au centre de la boîte est alors comparé au profil moyen avec un produit scalaire pour attribuer une valeur à ce pixel. La boîte balaie toute la région d'intérêt pour obtenir une carte KAD.

La manière d'obtenir un KAD est comparable à celle d'un KAM. En effet, des distances sont manipulées au lieu de désorientations provenant de eCHORD ou EBSD. Le logiciel Mtex [3] est utilisé pour analyser les données d'orientation eCHORD et EBSD et tracer les cartes KAM ou GROD de ce chapitre.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Or pour calculer la désorientation, l'outil Mtex ne prend en compte dans la boîte que les pixels qui appartiennent au même grain. Cependant, la carte KAD est tracée en prenant en compte tous les pixels de la boîte comme voisins même s'ils n'appartiennent pas au même grain. Par conséquent, un contraste peut apparaître au niveau des joints de grains sur les cartes KAD. En effet, sur un pixel près d'un joint de grain, le profil moyen de la boîte est un mélange de profils issus de deux orientations différentes. La distance trouvée sera donc plus élevée aux joints de grain. Cela donne un premier aperçu sur les joints de grains et donc sur les grains. Des informations de désorientation sont déduites de ce KAD qui peuvent aider à identifier les grains déformés dans une microstructure.

4.1.4 Reconstruction des grains et joints de grains à partir d'images BSE

Afin de caractériser la microstructure, la distribution de la taille de grain est déterminée. Pour ce faire, une méthode de clustering basée sur la densité a été adaptée pour détecter les différents grains. Cet algorithme de clustering est appliqué sur des profils d'intensité obtenus à partir de la série d'images BSE. Le choix d'utiliser un algorithme de clustering basé sur la densité est discuté par la suite dans la section 4.3.

La technique de clustering a été adaptée en utilisant le langage python avec les algorithmes DBscan disponibles dans la bibliothèque scikit-learn[2] [20]. La version utilisée est scikit-learn 0.23.2. Les profils sont comparés à l'aide d'une distance euclidienne appliquée sur les profils normalisés (norme Euclidienne).

Deux profils $P1$ et $P2$ appartiennent au même cluster si :

$$Euc(P1, P2) < \epsilon \tag{4.2}$$

Où ϵ est la limite à partir de laquelle un profil est considéré comme assez semblable à un autre pour appartenir au même cluster.

Si la valeur ϵ fixée est trop basse, alors les sous grains apparaîtront comme des grains. D'un autre côté, si ϵ est trop grand, différents grains pourraient être rassemblés dans un même cluster. Pour trouver une valeur correcte d'ϵ, l'écart type pour chaque profil est calculé pour donner une carte. Sur cette carte certains grains sont identifiables. Plusieurs approches pour déterminer la valeur du paramètre ϵ sont disponibles [2]. Une taille minimale pour les clusters est ensuite définie par l'utilisateur avec

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

le paramètre r_{min} : tous les pixels appartenant à des clusters inférieurs à r_{min}, en nombre de pixels, seront mis de coté. En sortie de l'algorithme de clustering, une liste des grains avec leur position, donc leurs pixels correspondant, est obtenue. Les pixels isolés qui ont été mis de coté, mais entourés par des pixels d'un même cluster peuvent être ajoutés artificiellement dans le grain correspondant en appliquant une correction de bruit. Cela est effectué avec l'algorithme de suppression des valeurs aberrantes, (remove outliers sur FIJI par exemple [19]). La sortie peut être représentée sous la forme d'une distribution de taille de grain avec les pixels correspondant dans chaque grain, ainsi qu'une carte pour accéder à la localisation et à la morphologie des grains.

4.1.5 Outil de quantification intragranulaire : écart avec la distance de référence du grain (GRDD) et la moyenne des distances du grain (GDS)

Sur les données d'orientations obtenues avec EBSD ou CHORD, des cartes GROD (Grain Reference Orientation Deviation) peuvent être tracées. Elles consistent à tracer, pour chaque pixel, la désorientation entre l'orientation d'un pixel donné et l'orientation moyenne de son grain. Une approche similaire peut être appliquée, une fois la détection de grain effectuée à l'aide de l'algorithme de clustering, sans utiliser d'orientations, mais les distances sur les profils. La distance entre le profil d'un pixel donné et le profil moyen de son grain peut être calculée pour chaque pixel. En conséquence, une carte appelée Grain Reference Distance Deviation (GRDD) est obtenue (figure 4.3).

De plus, une cartographie appelée "Grain Orientation Spread (GOS)" peut être également tracée. Elle représente, pour chaque grain, la moyenne des angles de désorientation par rapport à l'orientation moyenne du grain. Ainsi, le GOS est la moyenne du GROD au niveau du grain. De plus, une carte GOS donne la même valeur pour chaque pixel d'un même grain. Sur la même idée que les cartes GRDD, les distances sont utilisées pour tracer des cartes GDS (Grain Distance Spread).

4.1.6 Fraction recristallisée

Les désorientations sont souvent utilisées pour déterminer un taux de recristallisation [8] [9] [15]. Par conséquent, il devrait être possible d'utiliser des distances afin de mesurer une fraction de recristallisation. Tout d'abord, l'histogramme de la distribution des distances sur la carte GDS peut être tracé, pour l'ensemble de la zone (figure 4.4.a). Sur cette représentation schématique d'une distribution de

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

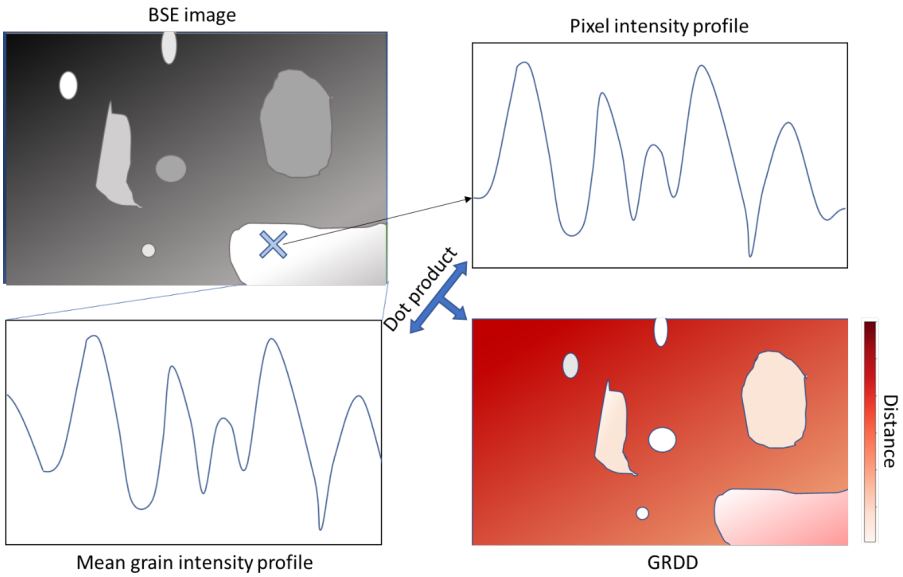

FIGURE 4.3 – Schéma représentant l'obtention d'une carte GRDD : un grain est sélectionné dans la série d'images BSE ; le profil moyen pour les pixels du grain est calculé. Le profil du pixel sélectionné dans ce grain est ensuite comparé au profil moyen avec un produit scalaire. La distance déduite de ce produit scalaire est associée à ce pixel. Toute la région d'intérêt est balayée pour obtenir une carte GRDD.

distance sur une carte GDS, deux pics de distance sont clairement visibles, indiquant que deux types de grains sont présents : le premier (en jaune), avec de petites distances internes ou désorientations, correspondant donc à des grains recristallisés, et le second avec des distances internes plus importantes, correspondant à des grains déformés. En sélectionnant les pixels correspondant aux distances du premier pic, il est possible de retrouver les zones recristallisées. La carte de recristallisation est tracée, (figure 4.4.b), avec un grain déformé en bleu et des grains recristallisés en jaune.

Comparaisons

La méthode présentée ici utilise la même acquisition que pour CHORD mais nécessite moins de calculs en post-traitements. Par exemple, aucune base de données de profil d'intensité théorique n'est requise, ce qui est l'une des étapes les plus coûteuse en temps dans l'approche CHORD. Un schéma (figure 4.5) résume les principales étapes pour la méthode eCHORD // EBSD (ligne verte) et la méthode présentée, exploitant directement les profils d'intensité (ligne orange).

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

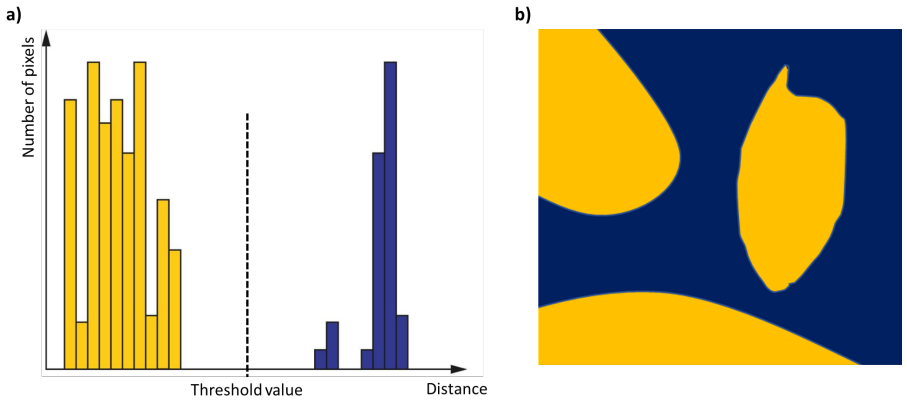

FIGURE 4.4 – Représentation schématique d'une détermination de fraction recristallisée avec a) Distribution des distances moyennes des grains, b) Carte représentant les zone recristallisée en jaune pour une valeur seuil sur les distances indiquée par des pointillés sur l'histogramme a).

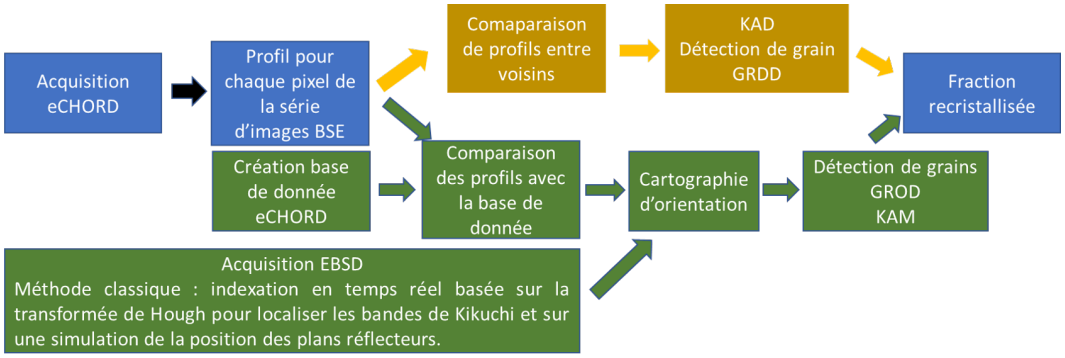

FIGURE 4.5 – Schéma représentant les étapes clés pour tracer des cartes de désorientation à partir d'une acquisition eCHORD ou EBSD. La partie verte représente le chemin eCHORD/EBSD. Le chemin orange représente les étapes pour obtenir les cartes de désorientation avec la méthode présentée.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

4.2 Application de la méthode exploitant les profils d'intensité des images BSE pour une étude de la recristallisation d'un alliage d'aluminium 1050

4.2.1 Données expérimentales

Description des échantillons

L'étude a été réalisée sur un alliage d'aluminium 1050 déformé puis partiellement recristallisé. Un alliage Al 1050 a été choisi car les conditions d'acquisition des séries d'images BSE étaient déjà bien établies sur ce type d'alliages [12]. Après laminage, le matériau a été fortement déformé. Les échantillons ont été ensuite recuits dans un four à 300°C entre 5 minutes et 1 heure afin d'obtenir différents états de recristallisation. L'évolution de la recristallisation a été contrôlée par des mesures de dureté (Hv0,3) (figure 4.6). Comme attendu, une diminution de la dureté est observée, d'une dureté de Hv=40 à l'état déformé jusqu'à Hv=20 à l'état entièrement recristallisé [17]. Deux états de recristallisation (400 min et 75 min sur la figure 4.6) ont été sélectionnés pour l'étude. Le premier échantillon sélectionné est appelé Al400 (Hv=22) et est proche d'un état complètement recristallisé, alors qu'une fraction de recristallisation plus faible est attendue pour un deuxième échantillon, Al75 (Hv=35), selon les mesures de dureté.

Pour les observations, les échantillons ont été polis mécaniquement avec une granulométrie jusqu'à 1 μm puis électropolis avec un appareil Struers Lectropol en utilisant une solution commerciale Struers A2 et une tension de 11V pendant 10s et à 25°C.

Acquisition

L'acquisition de la série d'images BSE a été réalisée avec une inclinaison d'échantillon de 10°, une tension d'accélération du faisceau d'électrons de 10kV et un pas de rotation de 2°. Le microscope utilisé combine une colonne Gemini I (Carl Zeiss Microscopy GmbH, Oberkochen, Allemagne) et un détecteur BSE standard solid-state (El-Mul Technologies Ltd., Rehovot, Israël). Les acquisitions EBSD ont été réalisées avec un pas de 0,7 μm, un champ de vision de 750 μm x 550 μm et un temps d'exposition de 10 ms par pixel, conduisant à un temps d'acquisition similaire à CHORD. Deux types de détecteur

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

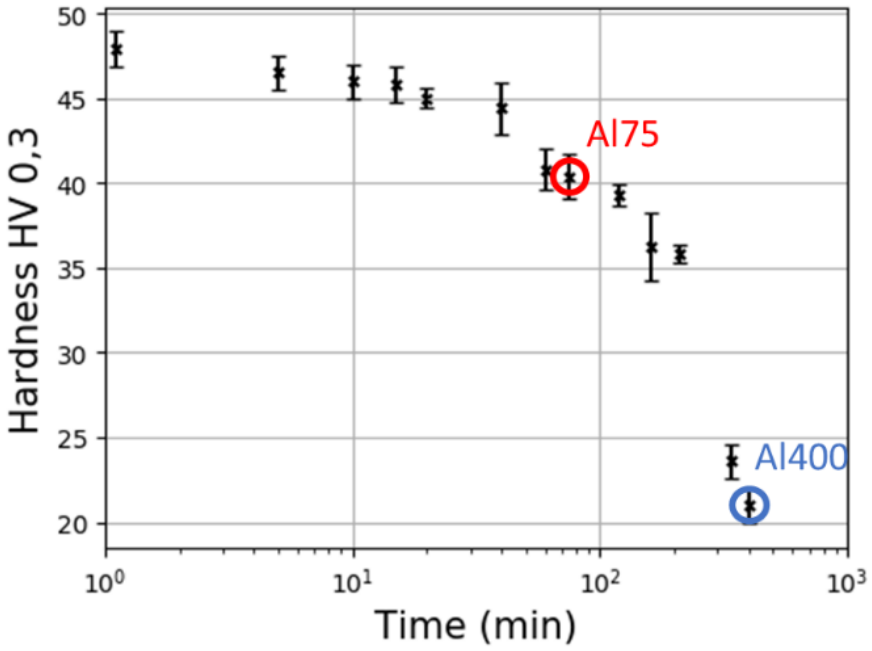

FIGURE 4.6 – Evolution de la dureté en fonction du temps de recuit à 300°C. Les échantillons étudiés Al75 et Al400 sont indiqués par des cercles

EBSD indirect ont été utilisés : un capteur optique à base de lentille et CCD Nordlys F pour l'échantillon Al400 et un capteur à fibre optique et CMOS Symmetry pour l'échantillon Al75 (Oxford instruments plc, Abingdon, Royaume-Uni). Pour les deux échantillons, pour les deux méthodes, la même région d'intérêt a été observée. Pour les orientations CHORD, une indexation avec une base de données de 6 millions de profils a été réalisée.

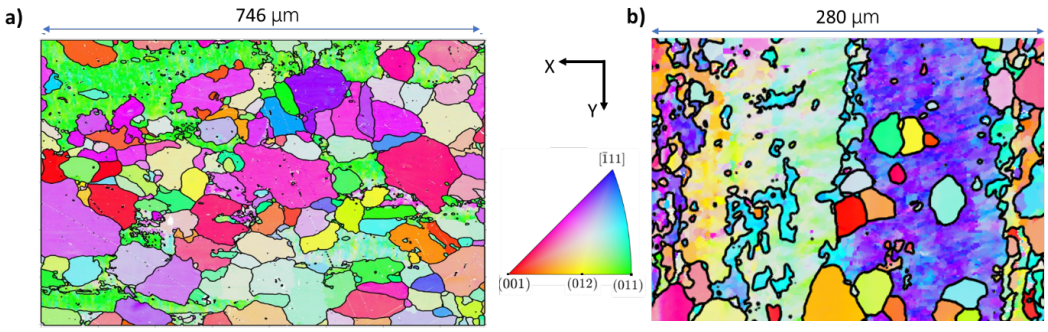

FIGURE 4.7 – IPF Z issus des données EBSD avec le repère de référence de l'échantillon et le code couleur avec une détection de grain appliqué pour un seuil de 8° a) Al400 b) Al75

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

La figure 4.7 montre les cartographies d'orientations obtenues en EBSD, sur les échantillons Al400 et Al75. Les résultats sont affichés par des figures de pôle inverse (IPF) le long de la direction z. Pour l'échantillon Al400 (figure 4.7.a), une majorité de grains présente un diamètre de l'ordre de 100μm sans orientation particulière. Quelques gros grains déformés sont également présents, comme celui en haut à gauche. Pour la figure 4.7, l'échantillon Al75 présente deux longs grains d'une largeur de 100 μm avec un dégradé de couleurs. Mais encore, de plus petits grains d'un diamètre inférieur à 10 μm sont répartis dans ces deux grains ou aux joints de grains.

4.2.2 Analyse des résultats

KAD

Les cartes KAD et KAM ont été construites pour les échantillons Al400 et Al75 et sont présentés en figure 4.8 (Al400) et figure 4.9(Al75).

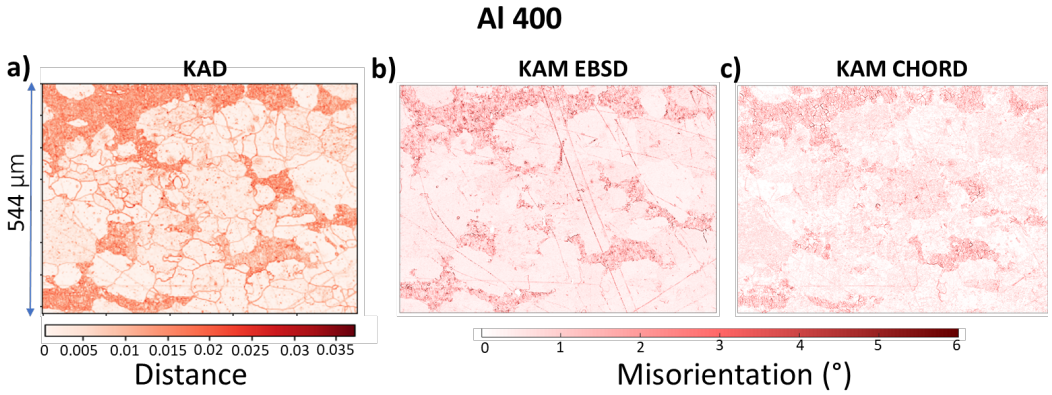

FIGURE 4.8 – Comparaison entre les cartes KAD et les cartes KAM de l'échantillon Al400. a) KAD, b) KAM EBSD, c) KAM CHORD

Comme prévu (sous-section 4.1.3), les cartes KAD font ressortir les joints de grains (figure 4.8.a et figure 4.9.a). De plus, les distances semblent être liées à la désorientation, ce qui renforce l'hypothèse faite dans la sous-section 4.1.3. Pour les zones dans lesquelles les désorientations sont plus élevées, les distances sont également plus élevées. De plus, sur les deux échantillons, les zones avec les plus petits grains présentent moins de désorientations internes d'après toutes les cartes.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

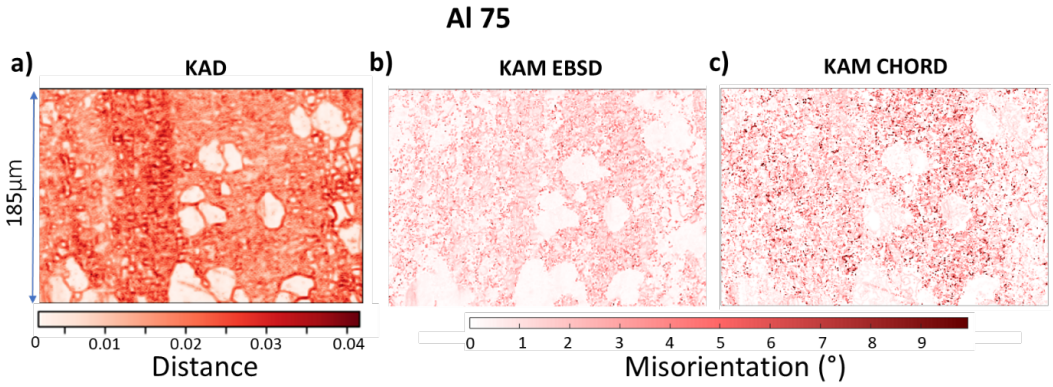

FIGURE 4.9 – Comparaison entre les cartes KAD et les cartes KAM de l'échantillon Al75. a) KAD, b) KAM EBSD, c) KAM CHORD

Analyse de la taille de grains

L'algorithme de clustering a été appliqué sur les deux séries d'images prélablement réduites. Les séries d'images sont composées de 180 images chacune mais seulement une image sur six est retenue pour constituer des séries de 30 images. Pour appliquer cet algorithme de clustering, il faut préalablement déterminer les paramètres à entrer. Il existe une solution pour optimiser les valeurs de des paramètres de façon automatique [14]. Une détermination automatique des paramètres, adaptée à nos données a été développée et est présentée dans cette section. Le profil d'un pixel de la série d'images BSE est comparé au profil situé 5 pixels à droite de la même série d'images BSE. La comparaison est effectuée en utilisant une distance Euclidienne. Une distribution de distance est tracée après avoir répété cette comparaison pour plusieurs pixels (figure 4.10). La distance euclidienne correspondant au maximum du premier pic est prise comme valeur pour ϵ. Les clusters, assimilés aux grains sont présentés en figure 4.10.

4.2.3 Résultats : reconstruction des grains et joints de grains à partir d'images BSE

Les pixels noirs de la figure 4.10a et b font parti d'un même cluster, pour chaque série d'images. Pour ces pixels, les distances calculées avec leur profil et les autres profils dépassent la valeur seuil ϵ. Ils correspondent aux grains possédant une forte désorientation interne. Pour l'échantillon Al75, la

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

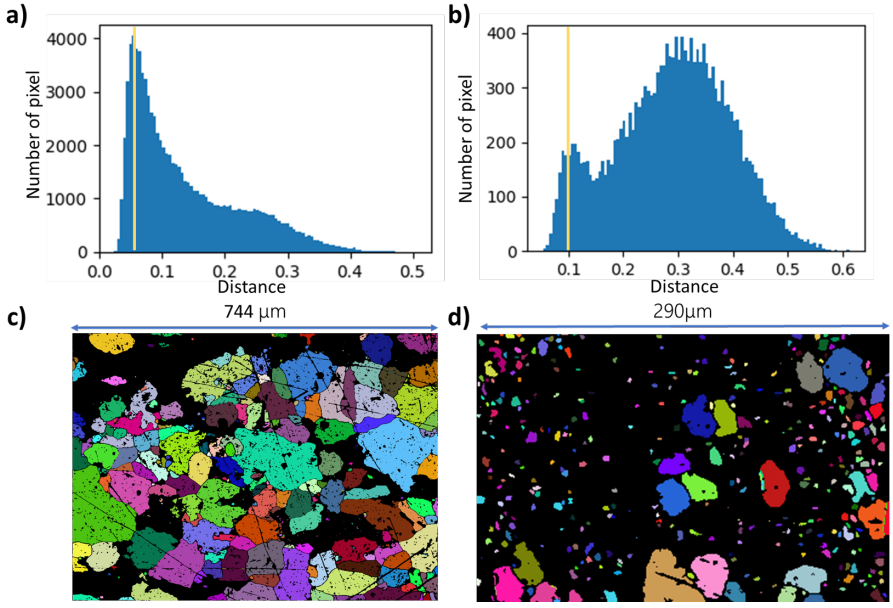

FIGURE 4.10 – Distribution des distances calculées entre les profils de la série d'image avec le profil placé 5 pixels sur leur droite pour : a) Al400 and b) Al75. Grains coloriés aléatoirement après avoir appliqué l'algorithme de clustering sur les échantillons c) Al400 avec ϵ=0.06 d) Al75 avec ϵ=0.1.

plupart des pixels apparaissent en noir alors que moins de pixels sont concernés pour l'échantillon Al400. Ceci est expliqué par le fait que l'échantillon Al75 est plus déformé que l'Al400.

Les clusters sont par la suite labelisés (étiquetés) [4] [23]. Cette étape s'assure que les grains sont séparés spatialement. En effet, si deux grains possèdent la même orientation mais sont spatiallement séparés, ils peuvent tout de même être rassemblés dans un même cluster. L'étape de labélisation permet alors de séparer les clusters qui ne sont pas spatialement connectés, en différents grains. Cela donne une nouvelle liste de grains. Les figure 4.11a et figure 4.12a montrent respectivement les cartes issues de l'algorithme de clustering et de l'étape de labélisation pour les échantillons Al400 et Al75.

Dans le cas de l'échantillon Al400, l'étape de labélisation sépare le cluster des pixels noirs en plusieurs grains qui correspondent aux grains trouvés par la reconstruction de grain à partir des orientations. Néanmoins, pour l'échantillon Al75, les pixels noirs font parti de deux grains voisins et sont spatialement connectés. Dans ce cas, ces grains ne sont pas séparés par la labélisation. Ce dernier point est montré en figure 4.12 et redétaillé dans la section 4.3.

Sur l'Al400, les cartes de joints de grains, déduites par les différentes méthodes, sont similaires. Une différence apparaît tout de même en bas de la zone d'intérêt, où un grain est séparé en trois par

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

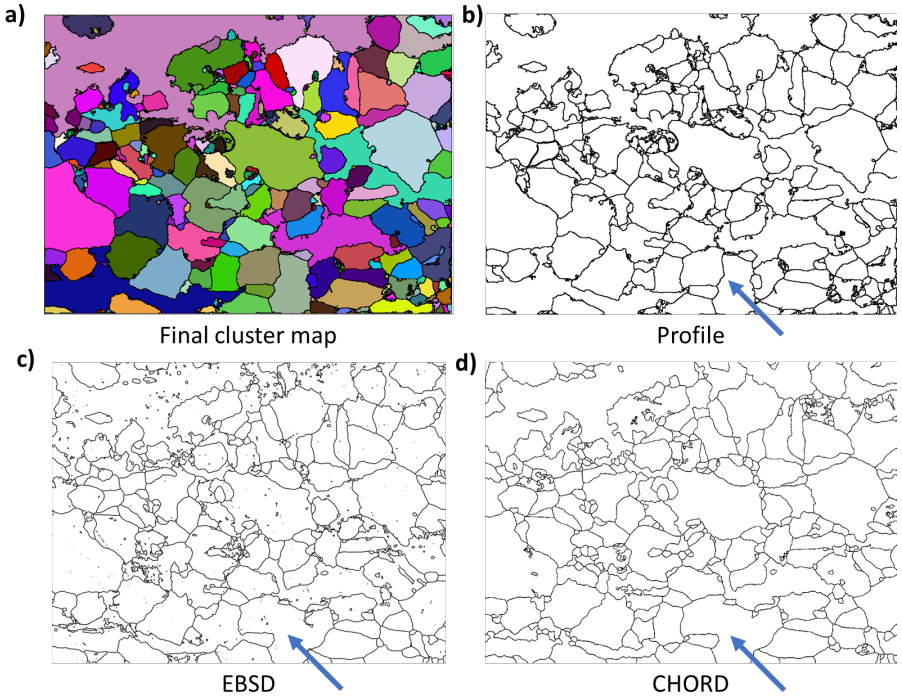

FIGURE 4.11 – a) Carte finale des clusters après l'étape de labélisation. Reconstruction des joints de grains sur l'échantillon Al400 avec les différentes méthodes basée sur b) la comparaison de profils, c) les déorientations EBSD, d) les désorientation CHORD.

la méthode de clustering sur les profils mais pas pour les cartes issues d'EBSD et CHORD, (flèche bleu figure 4.11). Le seuil de désorientation appliqué pour la reconstruction de grains à partir des orientations est de 8°. Quant au Al75, de petites régions sont présentes dans les larges grains déformés mais ne se ressemblent pas suivant la méthode EBSD, CHORD, profils (flèches vertes figure 4.12). D'après la courbe de recristallisation et le temps de recuit, cet échantillon est moins recristallisé. En effet, la recristallisation n'est pas apparue sur cette région ou vient de commencer. Ces régions présentées par une flèche verte pourraient représenter ces petits germes. Ce point est détaillé en section 4.3.

Des distributions de taille de grains sont calculées à partir de ces différentes détections de grains et sont présentées en figure 4.13. Les histogrammes montrent le nombre de grains multipliés par leur surface pour réduire l'impact des plus petits grains.

Pour Al400 les cartes de joints de grains sont similaires donc les résultats sur les distributions des tailles de grains ont la même tendance avec quelques différences sur les plus petits grains pour la méthode de comparaison de profils (figure 4.13a).

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

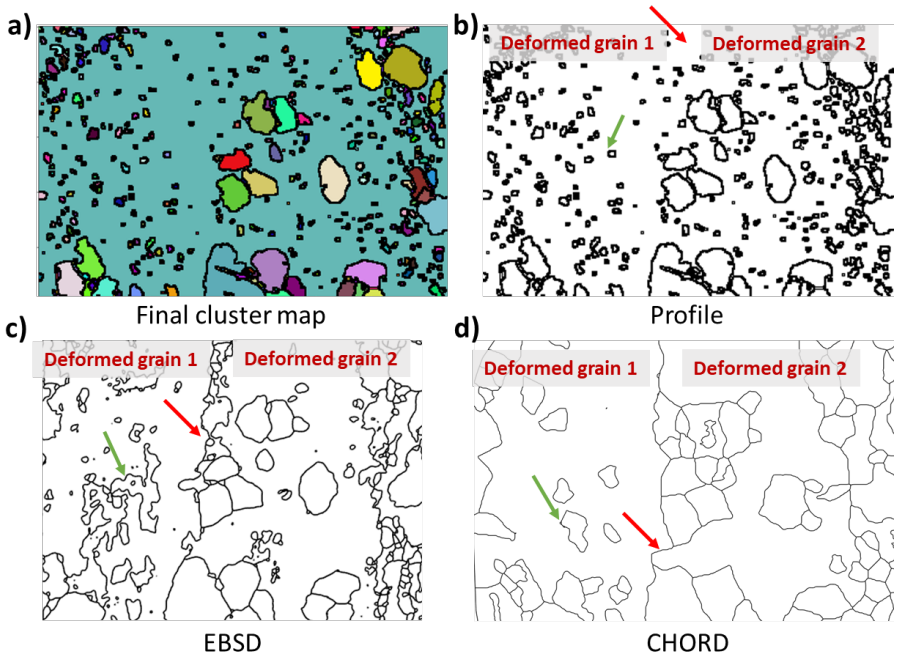

FIGURE 4.12 – a) Carte finale des clusters après l'étape de labélisation. Reconstruction des joints de grains sur l'échantillon Al75 avec les différentes méthodes basée sur b) la comparaison de profils, c) les déorientations EBSD, d) les désorientation CHORD.

Au contraire pour l'échantillon Al75, la distribution de taille de grain est différente suivant la méthode utilisée. Ceci s'explique notamment par le fait que les méthodes trouvent différentes populations de grains.

Détermination d'une fraction recristallisée

Des cartes GROD et GRDD ont été tracées. Elles représentent respectivement la désorientation ou la distance d'un pixel par rapport à l'orientation moyenne ou à la distance moyenne de son grain. Ces cartes ont été calculées pour les échantillons Al400 (figure 4.14) et Al75 (figure 4.15). Les distributions des distances ou des désorientations pour chaque carte sont également tracées. A partir des cartes GROD, dans une première approche, les grains recristallisés et non recristallisés peuvent être identifiés visuellement. De plus, la valeur ou la plage de l'angle seuil de désorientation peut être déterminée (sous-section 4.1.6). Par la suite, cette valeur limite est généralement validée à partir des distributions d'orientation.

Pour les deux échantillons, les pixels avec les distances les plus élevées correspondent aux pixels

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

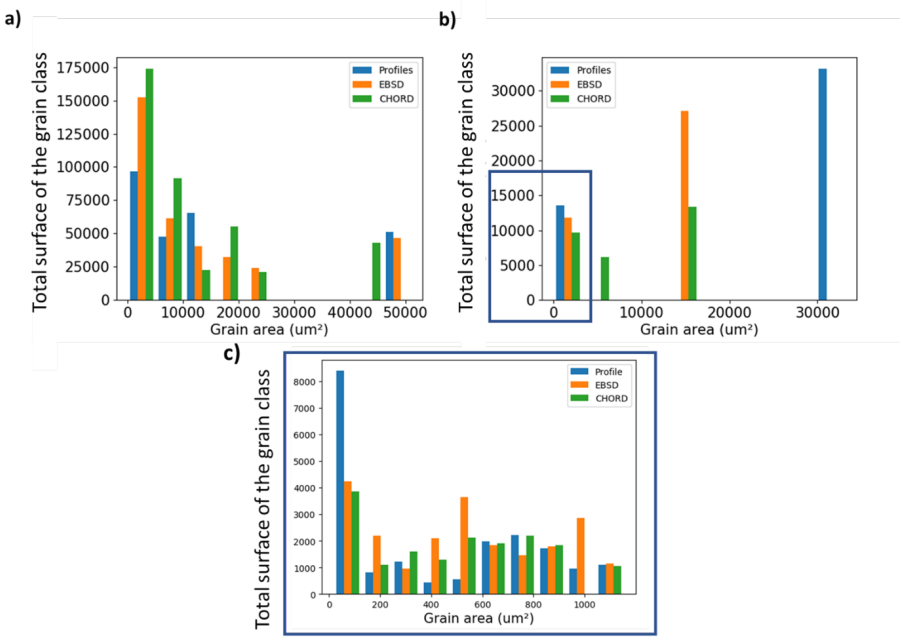

FIGURE 4.13 – Distribution de la taille de grains pour a) Al400, b) Al75, c) Zoom sur les premières valeurs d'Al75 obtenue avec la comparaison de profil (bleu), les orientations EBSD (orange) et les orientation CHORD (vert).

avec les désorientations les plus élevées. Pour l'échantillon Al400, la principale différence entre une carte GRDD et les deux cartes GROD provient des différences sur les joints de grains, déjà abordées dans la sous-section 4.2.3. De plus, quelques "mouchetures" sont observées dans les cartes GRDD et GROD sur les grains déformés. Or, ces mouchetures semblent plus marquées dans les cartes GROD. Pour l'échantillon Al75, les grains recristallisés sont bien identifiés et des grains similaires ont été détectés pour les trois méthodes. Cependant, dans le cas des deux grains déformés, les résultats diffèrent en termes d'angles de désorientation et de distances trouvées.

De façon similaire, le GDS est tracé pour les échantillons Al400 et Al75 avec le GOS issue des données EBSD et CHORD (figure 4.16 et figure 4.17 respectivement) et leur distribution des distances/désorientations.

Dans les cartes GDS et GOS, tous les pixels appartenant à un grain donné ont la même valeur, donc le même contraste ou la même couleur. Cette valeur est la valeur moyenne du GRDD sur le grain. De même que pour les cartes GRDD, des différences apparaissent entre les cartes GDS et les cartes GOS pour l'échantillon Al400 du fait de la différence sur la détection de grain. Or, la quasi totalité des grains

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

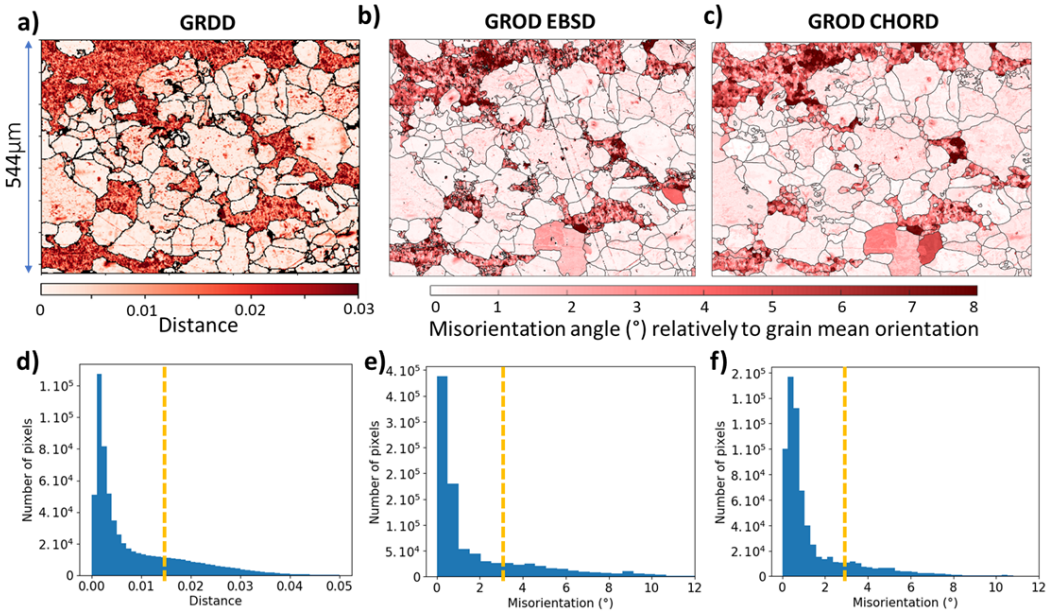

FIGURE 4.14 – Pour l'échantillon Al400 : a) GRDD b) GROD EBSD c) GROD CHORD d) Distribution des distances de la carte GRDD, e) Distribution des désorientations du GROD EBSD, f) Distribution des désorientations du GROD CHORD. Pour chaque histogramme, une valeur seuil de distance ou désorientation est affichée en pointilliée jaune, pour déterminer la fraction recristallisée par la suite.

ont la même tendance sur la désorientation interne en regardant la carte GDS ou GOS.

Pour l'échantillon Al75 le contraste est également similaire mais ne peut être comparé que pour les plus petits grains, car les profils des deux gros grains déformés sont regroupés en un seul. Dans l'Al75, les petits grains situés au milieu du plus gros grain à gauche, vu sur la carte GOS, n'apparaissent pas sur la carte GDS.

En ce qui concerne la détermination de la fraction recristallisée : comme cela est visible sur la figure 4.14(d, e, f), la détermination de deux régions (recristallisée et non recristallisée) n'est pas évidente sur les histogrammes des GROD/GRDD pour l'Al400. En revanche, la distribution des GOS fait apparaître avec plus de précision les différentes régions qui correspondent à la zone recristallisée et non recristallisée [6]. En effet, dans le cas de l'Al400, l'utilisation du GOS/GDS (figure 4.16) est effectivement plus efficace que le GROD/GRDD (figure 4.14) pour déterminer le seuil de recristallisation, car les deux zones sont clairement identifiées et l'écart entre ces zones est également plus élevé pour les distributions de distances.

Sur l'échantillon Al75, la séparation des deux zones est très claire sur les histogrammes des GROD/GRDD

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

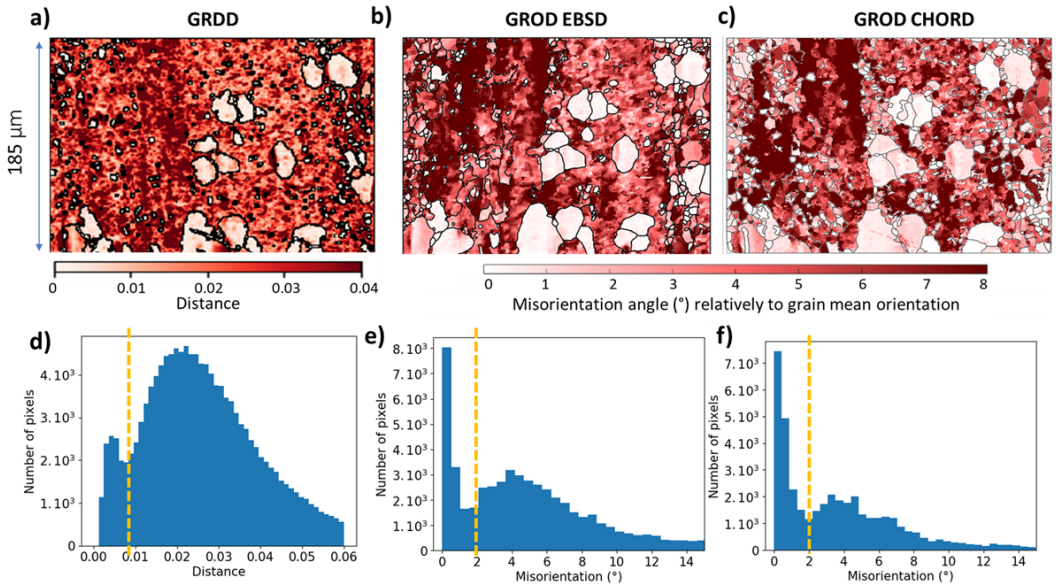

FIGURE 4.15 – Pour l'échantillon Al75 : a) GRDD b) GROD EBSD c) GROD CHORD d) Distribution des distances de la carte GRDD, e) Distribution des désorientations du GROD EBSD, f) Distribution des désorientation du GROD CHORD. Pour chaque histogramme, une valeur seuil de distance ou désorientation est affichée en pointilliée jaune, pour déterminer la fraction recristallisée par la suite.

à l'aide de la figure 4.15 (d, e, f), ou encore sur l'histograme du GDS avec la figure 4.17d. D'après les données d'orientation cristalline, en regardant les figure 4.17 e et f (GOS), la valeur du seuil n'est pas évidente. De plus, de petites variations sur ce choix de seuil affectent la fraction recristallisée calculée. D'après la figure 4.15, la valeur du seuil est d'environ 2,0° pour Al75 pour les orientations, et d'environ 0,01 pour les distances. Cependant, la figure 4.17a indique une valeur de seuil comprise entre 0,014 et 0,028. Or, pour tout seuil choisi entre ces valeurs, la fraction recristallisée ne change pas comme il est possible de le voir en figure 4.18. Au contraire, sur la figure 4.17e,f, il n'y a pas d'écart entre les deux régions pour des valeurs autour de 2,5°.

Pour l'échantillon Al400, sur la même observation que l'échantillon Al75, le seuil est directement fixé entre 0,010 et 0,015 pour la distance (voir figure 4.16a). Pour les orientations, un seuil pour les désorientations EBSD a été choisi autour de 3,5° et autour de 2,5° pour eCHORD. Ces seuils ont été validés en traçant des cartes de recristallisation. Différentes valeurs limites ont été testées pour observer l'effet sur la variation de la fraction recristallisée. Les valeurs limites ont été choisies en observant les figure 4.16b, c et les cartes recristallisées pour l'échantillon Al400, et la distribution du GROD (figure 4.15) pour l'Al75. Les taux de recristallisation trouvés sont résumés dans la figure 4.18.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

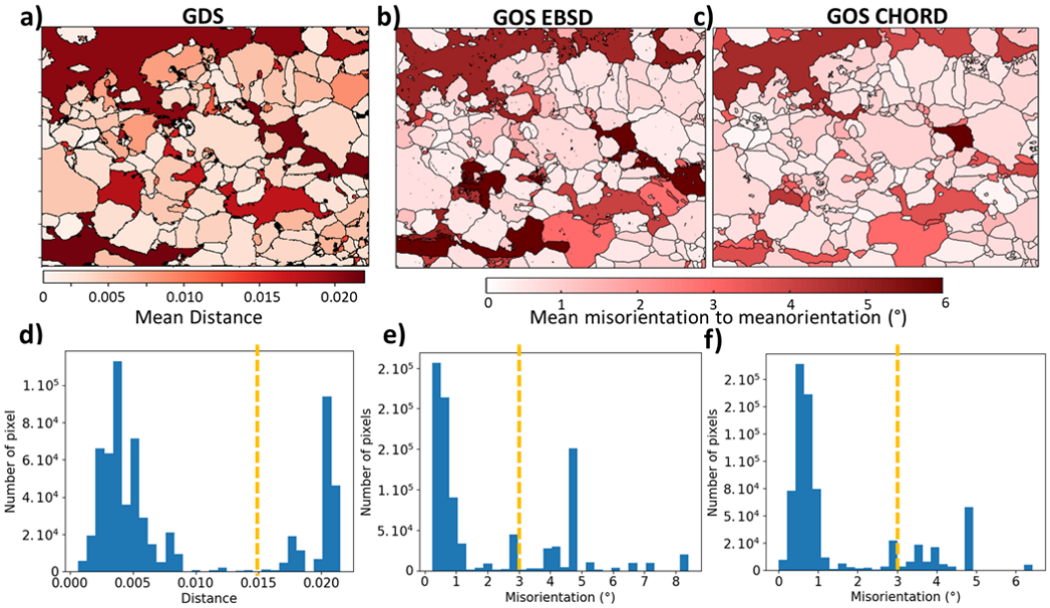

FIGURE 4.16 – Pour l'échantillon Al400 : a) GDS b) GOS EBSD c) GGOS CHORD d) Distribution des distances de la carte GDS, e) Distribution des désorientations du GOS EBSD, f) Distribution des désorientation du GOS CHORD. Pour chaque histogramme, une valeur seuil de distance ou désorientation est affichée en pointilliée jaune, pour déterminer la fraction recristallisée par la suite

Enfin, on peut conclure que la fraction recristallisée est de l'ordre de 0,74 et 0,26, en prenant les valeurs moyennes des trois méthodes, pour l'échantillon Al400 et Al75 respectivement. Les résultats révèlent d'abord que les cartes GDS et GRDD peuvent donner des résultats comparables aux cartes GOS et GROD ce qui justifie l'utilisation des distances comme des désorientations. Ensuite, les écarts des valeurs de distances ou de désorientations, aperçus sur les histogrammes figure 4.16 et figure 4.17, entre les deux zones (recristallisée et non recristallisée) apparaissent de façon plus évidente en regardant les distances, pour les deux échantillons. Ainsi, pour ce type de microstructure, les seuils semblent être plus facilement trouvés à l'aide de cartes de distance que de cartes d'orientation.

4.3 Discussion

A partir de la série d'images BSE, une détection des grains a été directement réalisée sur deux échantillons d'alliage Al déformés, présentant différents états de recristallisation. Les séries d'images ont fourni des profils d'intensité pour chaque pixel qui ont été utilisés pour calculer des "distances".

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

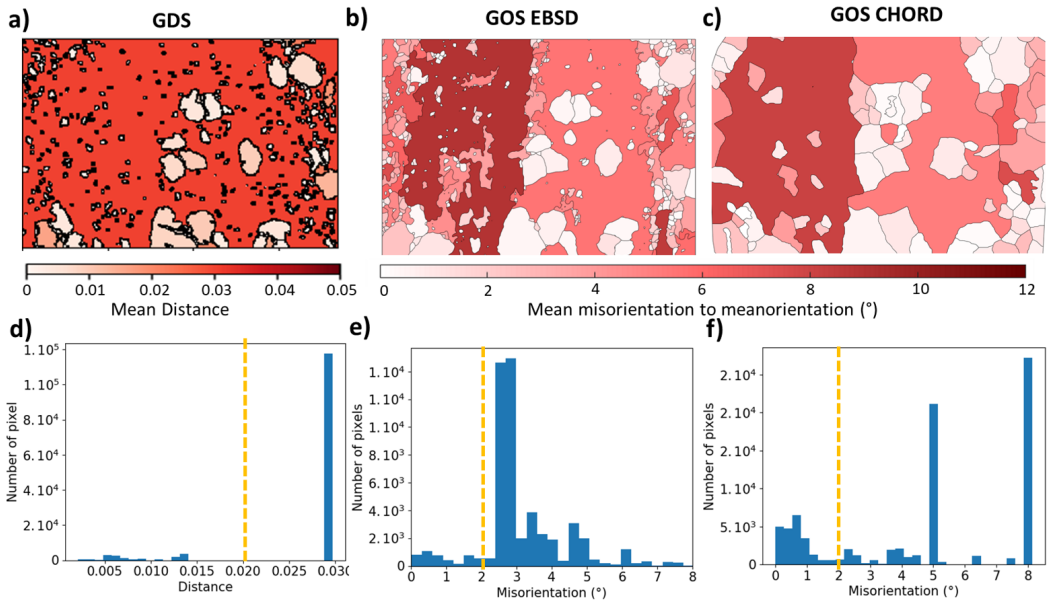

FIGURE 4.17 – Pour l'échantillon Al75 : a) GDS b) GOS EBSD c) GOS CHORD d) Distribution des distances de la carte GDS, e) Distribution des désorientations du GOS EBSD, f) Distribution des désorientation du GOS CHORD. Pour chaque histogramme, une valeur seuil de distance ou désorientation est affichée en pointillée jaune, pour déterminer la fraction recristallisée par la suite

	Sample Al400	Threshold Al400	Sample Al75	Threshold Al75
Profile	0.74	0.010	0.24	0.015
Profile	0.74	0.015	0.24	0.025
Profile	0.75	0.016		
Recrystallized fraction mean Profile	**0.74±0.01**		**0.24±0.01**	
EBSD	0.61	3.0°	0.25	2.0°
EBSD	0.71	3.5°	0.25	2.5°
EBSD	0.76	4.0°	0.27	3.0°
Recrystallized fraction mean EBSD	**0.70±0.06**		**0.26±0.02**	
CHORD	0.76	2.0°	0.25	1.5°
CHORD	0.76	2.5°	0.29	2.5°
CHORD	0.82	3.5°	0.31	3.5°
Recrystallized fraction mean CHORD	**0.78±0.04**		**0.28±0.04**	

FIGURE 4.18 – Tableau des différentes valeurs trouvées du taux de recristallisation suivant le seuil appliqué

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Sous l'hypothèse que ces distances représentent des angles de désorientation. Il a été montré que des cartes de distance sont similaires aux cartes de désorientation obtenues par EBSD et CHORD. De plus, les distances peuvent aussi être utilisées pour mesurer un taux de recristallisation. Des conclusions similaires à celles déduites des cartes EBSD ont été obtenues en utilisant uniquement les images BSE et sans la détermination des orientations cristallographiques. De plus, la configuration d'acquisition permet de n'incliner l'échantillon que de quelques degrés, alors qu'il doit être incliné de 70° pour des acquisitions EBSD. Cela présente des avantages quant à la géométrie d'acquisition. Ceci est particulièrement intéressant dans le cas d'une acquisition à faible grossissement [10], où des distorsions peuvent apparaître sur les cartes EBSD.

Détection de grains

De nombreuses approches de segmentation existent [16] afin de détecter les grains. Un premier essai, utilisant une détection de contours avec un filtre de Sobel [21] [22] a été réalisé (non présenté ici). Le filtre Sobel a été appliqué sur chacune des images BSE de la série puis les intensités de chaque contour trouvé ont été sommées pour construire une image unique sur laquelle tous les contours détectés sont visibles. Or cette méthode conduit à une sur-segmentation. Par exemple, pour les grains fortement déformés, les bandes de Kikuchi apparaissant à l'intérieur des grains ont été détectées comme des contours, entraînant de faux joints de grains. Un deuxième essai, utilisant la segmentation avec un algorithme de watershed, comme utilisé par B .Flipon et al.[5] conduit également à une sur-segmentation, pour des raisons similaires. Enfin, l'approche de clustering basée sur la densité a permis les meilleurs résultats. Un clustering basé sur la densité comme DBscan permet d'identifier les grains sans renseigner un nombre de grain en paramètre d'entrée. Cela est le cas pour les algorithmes de clustering basés sur le centroïde comme K-means [24]. Seulement 30 images sont nécessaires dans ce cas avec l'algorithme de clustering basé sur la densité, pour obtenir des informations sur les microstructures.

Cependant, pour un échantillon fortement déformé, cette méthode présente certaines limites, comme dans le cas de l'échantillon Al75. En effet, sur la figure 4.12, les pixels des deux gros grains déformés de l'échantillon Al75 sont regroupés dans le même cluster après labélisation. Cela signifie qu'ils sont trop hétérogènes pour être regroupés dans deux clusters différents pour le paramètre ϵ utilisé. Il en résulte que la détection des grains n'est pas correcte pour les grains fortement déformés et contigus

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

même après l'étape de labélisation. Si ces grains étaient spatialement séparés, l'étape de labélisation les aurait séparés, comme pour l'Al400. Enfin, cette méthode ne peut pas détecter les grains fortement déformés qui sont connectés spatialement mais, au final, cette limite n'affecte pas la détermination de la fraction de recristallisation. De plus, de petits germes apparaissent sur la carte des joints de grains de la figure 4.19a et non sur les reconstructions de grains CHORD ou EBSD réalisées avec un seuil de 8°. Une reconstruction de grains à partir des données EBSD est réalisée pour un seuil de 3° (figure 4.19b) et 5° (figure 4.19c) et comparée à la carte de contour issue du clustering (figure 4.19a). Cela révèle que ces petits grains vus sur la figure 4.19a) (flèches vertes) correspondent à des sous-grains car cela correspond aux sous-grains qui apparaissent pour la reconstruction EBSD avec un seuil de 5°. Cela signifie que l'algorithme de clustering et l'acquisition CHORD sont sensibles au contraste des sous-grains.

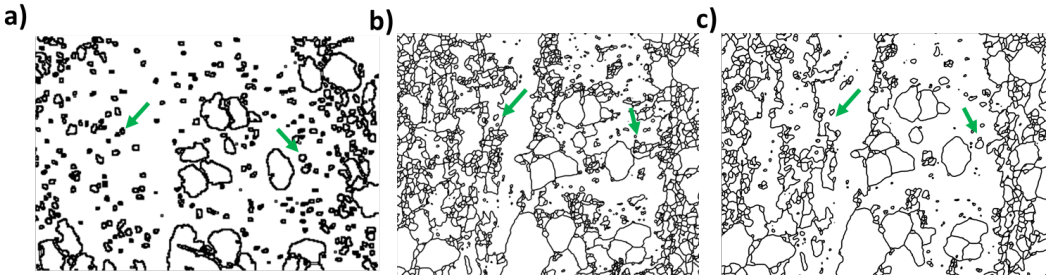

FIGURE 4.19 – Reconstruction de grains pour l'échantillon Al75 à partir des a) Profils, b) Des orientations EBS avec un seuil de 3°, c) Des orientation EBSD avec un seuil de 5°.

Désorientation interne

Une autre information obtenue avec cette variation d'intensité dans les images BSE est liée à la désorientation interne. L'état de désorientation interne est représenté par une carte GRDD de la même manière que ce qui est obtenu à l'aide des cartes GROD ou KAM. A partir de ces cartes, le taux de recristallisation peut être calculé. Cependant, en utilisant les cartes GROD ou KAM, les fractions recristallisées obtenues sont fortement dépendantes du seuil choisi. En effet, une variation de 5% à 10% est observée selon la valeur du seuil de désorientation. Cette variation est relativement importante au regard de la précision requise pour étudier les processus de recristallisation. Tandis que la fraction de recristallisation obtenue avec des distances varie seulement de 1%.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

4.4 Observations de macles et reconstruction de grains parents à partir d'images BSE

4.4.1 Méthode

Le réseau cristallin d'une macle possède une certaine symétrie avec celui du grain. Suivant le système cristallin plusieurs opérations de macle peuvent exister. Cette relation entre ces orientations cristallines est utilisée pour identifier les macles et reconstruire des grains parents, à partir des orientations. Cette section propose une méthode permettant d'identifier des macles afin de reconstruire les grains parents à partir d'images BSE.

Ainsi, une macle présente une certaine désorientation. Alors, le profil d'un pixel d'une macle sera différent de celui de son grain parent, comme son orientation. En effectuant l'algorithme de clustering, présenté plus tôt, appliqué aux profils, il en résulte que les macles forment des grains séparés du grain parent figure 4.20.b. Or les grains traversés par une ou plusieurs macles sont regroupés dans le même cluster/grain. La méthode pour reconstruire les grains parents consistent alors à :

— 1) Appliquer l'algorithme de clustering
— 2) Détecter les grains séparés spatialement (par une macle)
— 3) Tracer un segment entre les centres des différentes régions spatiales du grains séparés en plusieurs. (figure 4.20c)
— 4) Repérer les différents grains traversés par ces segments et les considérer comme des macles.
— 5) Associer les macles ainsi détectées à leur grain coupé.

4.4.2 Résultats d'identification de macles

Pour tester cette méthode, une acquisition eCHORD sur un échantillon de Nickel possédant des macles a été analysée (figure 4.21). La première image de la série est présentée en figure 4.20a et montre un contraste cristallographique différent entre un grain et une macle.

La figure 4.21 montre qu'une majorité de macle ont reformé leurs grains parents. L'inconvénient principal de cette méthode est qu'elle ne considère pour l'instant que les macles traversant un grain. En effet, si une macle ne coupe pas le grain alors elle ne sera pas traité. Ainsi, il est possible d'observer certaines macles qui ne sont pas traitées dans ce premier exemple (entourées en blanc).

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

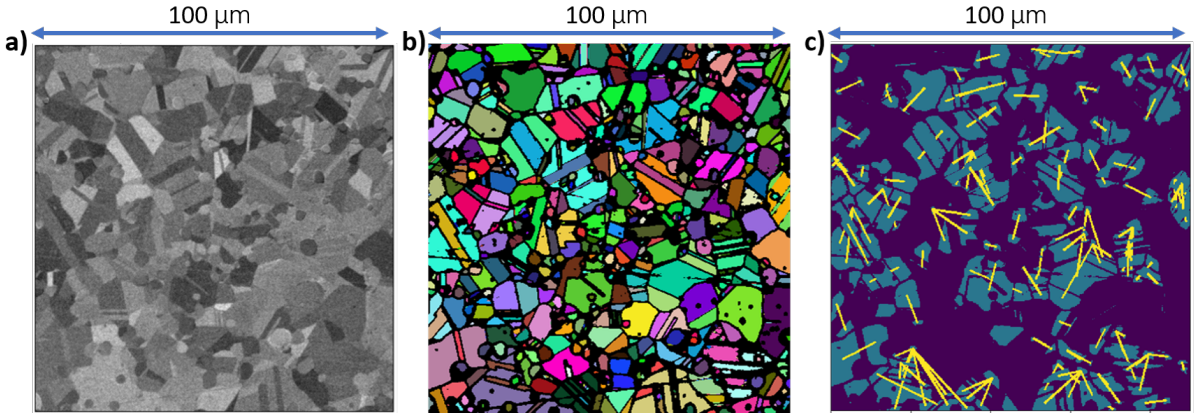

FIGURE 4.20 – a) Première image BSE d'une série eCHORD sur du nickel à 10kV, 10°, b) Grains trouvés par l'algorithme de clustering c) Grains séparés spatialement en plusieurs parties, détectés et traversés par un segment

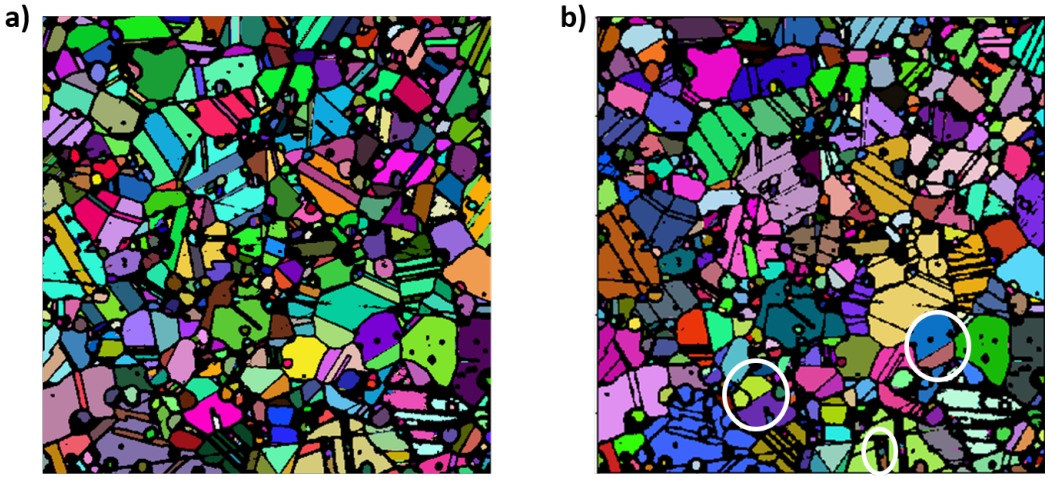

FIGURE 4.21 – a) Algorithme de clustering effectué sur du nickel après une acquisition eCHORD à 10kV 10°, b) Grains parents reconstruits avec la méthode présentée. Les couleurs sont mises pour visualiser les différents grains et ne représentent donc pas des orientations cristallines. Trois exemples de macles non traitées sont entourées en blanc.

Afin d'étudier l'efficacité de la méthode sur les grains détectés, une méthode de reconstruction de grain parents utilisant les orientations a été effectuée, sur une même région que la méthode présentée. Les résultats sont présentés en figure 4.22. Cela permet d'observer ce qui est considéré comme une macle à partir des orientations également. Les acquisitions eCHORD ont été effectuées sur un échantillon de nickel et la détection des macles à partir des orientations a été effectuée à l'aide du logiciel Atex [1]. L'acquisition eCHORD a été réalisée pour 10kV et 10° puis indexée avec une base de

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

6 millions de profils.

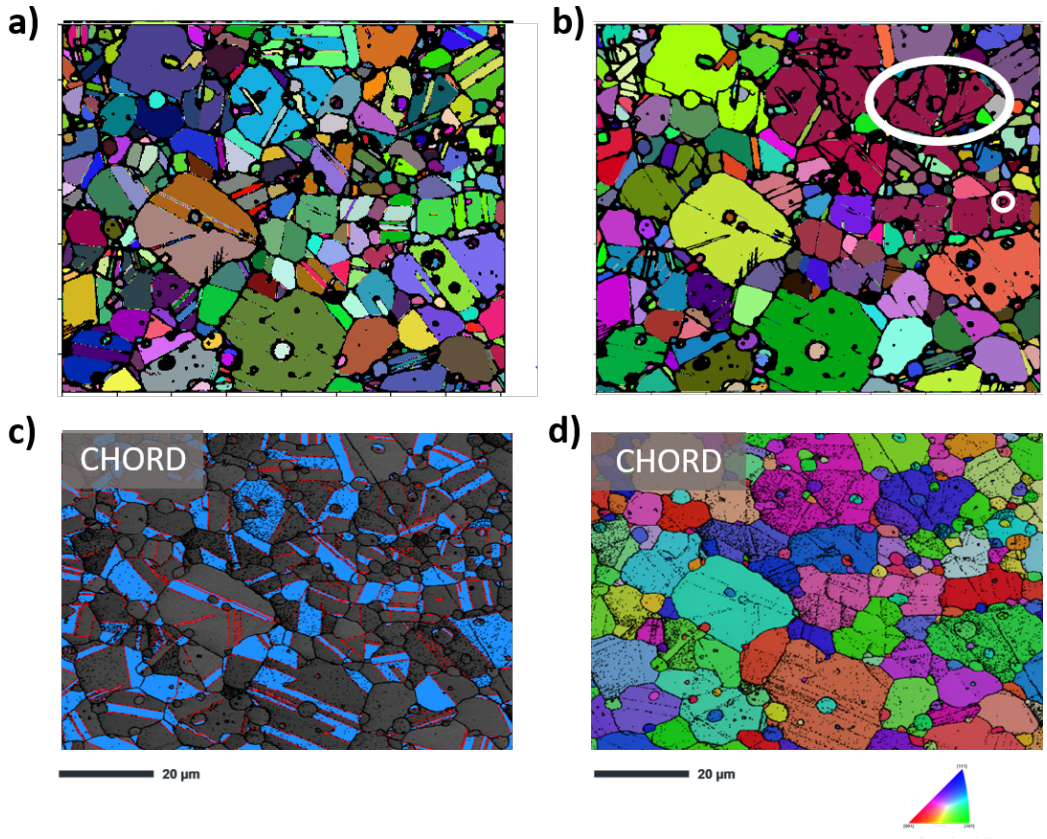

FIGURE 4.22 – a) Premier algorithme de clustering faisant apparaître des macles comme grains, b) Grains parents reconstruits avec la méthode présentée, c) Macles détectées par le logiciel Atex à partir des orientations, d) IPF Z avec les grains parents reconstruits à partir des orientations.

La figure 4.22.b montre dans un premier temps des résultats similaires à ceux observés sur la zone précédente. Or, cette fois une erreur sur le clustering a regroupé deux grains assez éloignés spatialement dans un même cluster, créant une erreur regroupant plusieurs grains dans un même cluster après la reconstruction des grains parents (entouré en blanc sur la figure 4.22b). Enfin, sur les macles considérées les deux méthodes reconstruisent les mêmes grains parents.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

4.5 Conclusion du chapitre

Les images BSE contiennent beaucoup d'informations cristallographiques, mais ne sont généralement pas pleinement exploitées. Tout d'abord, des cartes de joints de grains sont obtenues à partir d'une opération de clustering utilisant des profils d'intensité eCHORD. Ensuite, des cartes de distance par rapport à un profil de référence du grain (GRDD) ou d'une distance moyenne d'un noyau (KAD) sont obtenues. A partir de ces cartes une fraction recristallisée peut être calculée en n'utilisant qu'une trentaine d'images BSE (acquisition en quelques minutes). Ces cartes ne nécessitent aucune détermination d'orientation préliminaire pour être calculées. Dans cette étude, deux échantillons d'alliages d'aluminium avec différentes fractions recristallisées ont été caractérisés à l'aide de cette méthode. Les résultats utilisant cette approche et la méthodologie EBSD classique ont été comparés. Des résultats similaires ont été obtenus avec les deux méthodes, validant la présente approche. Elle constitue donc un moyen pertinent pour caractériser rapidement les tailles de grains et un taux de recristallisation pour des études ne nécessitant pas de détermination d'orientation. De plus, des premières approches montrent la possibilité de reconstruire des grains parents coupés par une macle, la méthode reste pour l'instant limitée mais cela montre qu'il est possible d'obtenir beaucoup d'information à partir d'images BSE seulement et des contrastes observés en SEM.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Bibliographie

[1] B Beausir and JJ Fundenberger. Analysis tools for electron and x-ray diffraction, atex—software. *Available online : www. atex-software. eu (accessed on 21 November 2018)*, 2017.

[2] Martin Ester, Hans-Peter Kriegel, and Xiaowei Xu. A Density-Based Algorithm for Discovering Clusters in Large Spatial Databases with Noise. page 6.

[3] J. Fehrenbach, P. Weiss, and C. Lorenzo. Variational Algorithms to Remove Stationary Noise : Applications to Microscopy Imaging. *IEEE Transactions on Image Processing*, 21(10) :4420–4430, October 2012.

[4] Christophe Fiorio and Jens Gustedt. Two linear time Union-Find strategies for image processing. *Theoretical Computer Science*, 154(2) :165–181, February 1996.

[5] B. Flipon, V. Grand, B. Murgas, A. Gaillac, A. Nicolaÿ, N. Bozzolo, and M. Bernacki. Grain size characterization in metallic alloys using different microscopy and post-processing techniques. *Materials Characterization*, 174 :110977, April 2021.

[6] N. Harshavardhana, S. P. Sundar Singh Sivam, Gulshan Kumar, and Ashish Kumar Saxena. A Comparative Study on Misorientations to Determine the Extent of Recrystallization in Pure ETP Copper. *Physics of Metals and Metallography*, 122(13) :1279–1287, December 2021.

[7] Xuteng Hu, Wenming Ye, Leicheng Zhang, Rong Jiang, and Yingdong Song. Investigation on creep properties and microstructure evolution of GH4169 alloy at different temperatures and stresses. *Materials Science and Engineering : A*, 800 :140338, January 2021.

[8] H. Jazaeri and F. J. Humphreys. Quantifying recrystallization by electron backscatter diffraction : QUANTIFYING RECRYSTALLIZATION BY EBSD. *Journal of Microscopy*, 213(3) :241–246, February 2004.

[9] Santosh Kumar, B. Aashranth, Dipti Samantaray, Marimuthu Arvinth Davinci, Utpal Borah, and A.K. Bhaduri. Hot Deformation and Microstructural Characteristics of Nitrogen Enhanced 316L Stainless Steel. *Key Engineering Materials*, 716 :317–322, October 2016.

[10] C. Lafond, T. Douillard, S. Cazottes, M. De Graef, P. Steyer, and C. Langlois. Towards large scale orientation mapping using the eCHORD method. *Ultramicroscopy*, 208 :112854, January 2020.

[11] C. Lafond, T. Douillard, S. Cazottes, P. Steyer, and C. Langlois. Electron CHanneling ORientation Determination (eCHORD) : An original approach to crystalline orientation mapping. *Ultramicroscopy*, 186 :146–149, March 2018.

[12] Clément Lafond. *Cartographie d'orientations cristallines à partir du contraste de canalisation en microscopie électronique à balayage*. Thèse de doctorat, INSA Lyon, Villeurbanne, February 2020.

[13] C. Langlois, T. Douillard, H. Yuan, N.P. Blanchard, A. Descamps-Mandine, B. Van de Moortèle, C. Rigotti, and T. Epicier. Crystal orientation mapping via ion channeling : An alternative to EBSD. *Ultramicroscopy*, 157 :65–72, October 2015.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

[14] Cory Maklin. Dbscan python example : The optimal value for epsilon (eps). *URL : https ://towardsdatascience. com/machine-learning-clusteringdbscan-determine-the-optimal-value-for-epsilon-eps-pythonexample-3100091cfbc.(accessed : 2021-08-25)*, 2019.

[15] A. Nicolaÿ, J.M. Franchet, J. Cormier, H. Mansour, M. De Graef, A. Seret, and N. Bozzolo. Discrimination of dynamically and post-dynamically recrystallized grains based on EBSD data : application to Inconel 718. *Journal of Microscopy*, 273(2) :135–147, February 2019.

[16] Nikhilr Pal, Sankark Pal, and Machine IntelligenceUnit. A REVIEW ON IMAGE SEGMENTATION TECHNIQUES. page 18.

[17] X.G. Qiao, M.J. Starink, and N. Gao. Hardness inhomogeneity and local strengthening mechanisms of an Al1050 aluminium alloy after one pass of equal channel angular pressing. *Materials Science and Engineering : A*, 513-514 :52–58, July 2009.

[18] Shao-Shi Rui, Li-Sha Niu, Hui-Ji Shi, Shaolou Wei, and C. Cem Tasan. Diffraction-based misorientation mapping : A continuum mechanics description. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 133 :103709, December 2019.

[19] Johannes Schindelin, Ignacio Arganda-Carreras, Erwin Frise, Verena Kaynig, Mark Longair, Tobias Pietzsch, Stephan Preibisch, Curtis Rueden, Stephan Saalfeld, Benjamin Schmid, Jean-Yves Tinevez, Daniel James White, Volker Hartenstein, Kevin Eliceiri, Pavel Tomancak, and Albert Cardona. Fiji : an open-source platform for biological-image analysis. *Nature Methods*, 9(7) :676–682, July 2012.

[20] Erich Schubert, Jörg Sander, Martin Ester, Hans Peter Kriegel, and Xiaowei Xu. DBSCAN Revisited, Revisited : Why and How You Should (Still) Use DBSCAN. *ACM Transactions on Database Systems*, 42(3) :1–21, August 2017.

[21] Irwin Sobel and Gary Feldman. An Isotropic 3x3 Image Gradient Operator. 2015. Publisher : Unpublished.

[22] M. Vidal, M. Ostra, N. Imaz, E. García-Lecina, and C. Ubide. Analysis of SEM digital images to quantify crack network pattern area in chromium electrodeposits. *Surface and Coatings Technology*, 285 :289–297, January 2016.

[23] Kesheng Wu, Ekow Otoo, and Arie Shoshani. Optimizing connected component labeling algorithms. page 1965, San Diego, CA, April 2005.

[24] Dongkuan Xu and Yingjie Tian. A Comprehensive Survey of Clustering Algorithms. *Annals of Data Science*, 2(2) :165–193, June 2015.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Chapitre 5

Cas des structures hétérogènes en taille

Les alliages d'aluminium possèdent des microstructures hétérogènes en taille. En effet, l'observation de grains, de précipités nanométriques, ou alors l'obtention de statistiques avec un grand échantillonnage de grains, nécessitent d'effectuer des observations à plusieurs échelles. L'objectif de ce chapitre est de pouvoir analyser des alliages d'aluminium avec une seule acquisition multiéchelle. Il est donc nécesaire d'obtenir des cartographies d'orientation sur une grande zone d'intérêt (échelle centimétrique) avec une bonne résolution spatiale (échelle nanométrique). De par ses paramètres d'acquisition, avec sa géométrie d'acquisition et la possibilité d'effectuer des acquisitions avec une faible tension d'accélération des électrons, eCHORD possède un avantage en résolution spatiale par rapport à l'EBSD. Ce chapitre montrera une méthodologie pour obtenir des cartographies d'orientation sur de grandes zones d'intérêt avec des avantages sur la résolution spatiale.

Cette étude s'appuiera sur le cas d'un alliage d'aluminium issu de fabrication additive, qui possède une structure multiéchelle, nécessitant une telle approche pour l'analyse.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

5.1 Fabrication additive, des structures multiéchelles

Le principe de fabrication additive, ou impression 3D, permet de construire des objets en ajoutant la matière couche par couche. La fabrication additive permet de réaliser des objets avec une géométrie complexe en peu d'étapes [3], sans usinage post élaboration. Il est possible d'énumérer une longue liste de méthodes pour la fabrication additive. En ce qui concerne les métaux, les entreprises portent leur attention sur les méthodes de fusion laser sur lit de poudre [6]. Parmi ces méthodes, la fusion sélective par laser (SLM) est une solution permettant l'impression 3D de métaux avec des formes complexes [2]. Une couche de poudre est déposée puis fusionnée à la couche précédente à l'aide d'un laser (figure 5.1) [12].

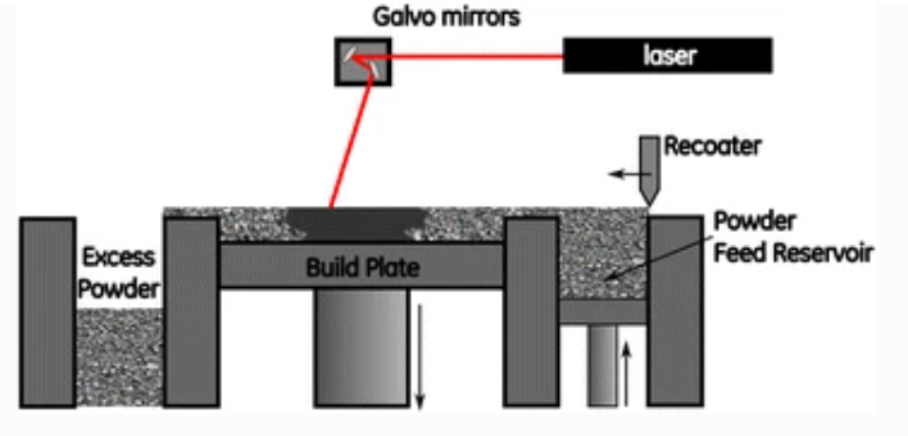

FIGURE 5.1 – Schéma d'une fabrication additive par SLM. Figure issue de [12]

Le procédé s'effectue dans une chambre de gaz inerte pour éviter l'oxydation durant la fusion et la solidification de la matière. Préalablement un dessin assisté par ordinateur (CAO) de l'objet est effectué. Le sens et l'orientation de l'impression sont choisis. Le fichier CAO est décomposé en couches correspondant aux couches du procédé. Une poudre de la matière est déposée sur la plateforme, puis les régions d'intérêt sont fondues à l'aide d'un laser. Enfin, la plateforme descend d'une distance correspondant à une couche, puis un lit de poudre est de nouveau déposé et ainsi de suite.

Le procédé entraîne couramment l'apparition de porosités. Deux types de porosités sont alors identifiés. Les premières porosités sont sphériques, avec une taille aux alentours de 10 micromètres, dont l'origine provient de l'humidité à la surface ou d'hydrogène piégé. Le deuxième type de porosités a une morphologie irrégulière et généralement une taille autour de 100 micromètres, ces porosités ont

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

pour origine les poudres non fondues lors du balayage. Ces pores sont contrôlés par les paramètres de lasage [1].

Lors de l'impression, des bains de fusion sont créés dans le matériau (figure 5.2). En effet, le laser fond une partie de l'échantillon, mais la température n'est pas homogène. Une partie plus éloignée du point d'impact du laser est partiellement fondue marquant la limite du bain de fusion.

De plus, la morphologie dans ce bain de fusion peut être hétérogène, dû au gradient de température dans l'échantillon. Pour améliorer des propriétés mécaniques, des éléments d'additions sont parfois ajoutés. Ils ont pour but de former une microstructure fine. Par exemple dans le cas des alliages d'aluminium, l'ajout d'un agent inoculant de zirconium peut générer des grains equiaxes, proche de la limite du bain de fusion, généralement submicroniques [9] [4]. Tandis que plus au centre du bain de fusion les grains peuvent être colonnaires avec une échelle micrométrique (figure 5.3.b) [9]. De plus, les gradients de température présents dans le matériau lors de l'impression favorisent des croissances épitaxiales de grains colonnaires dont la taille peut excéder celle des bains de fusion. Ces gradients entraînent donc des textures morphologiques. La structure d'un tel matériau peut alors présenter une hétérogénéité de taille, avec une échelle nanométrique et une échelle millimétrique pour l'observation de plusieurs bains de fusion.

L'étude de telle structure nécessite donc une observation multiéchelle.

5.2 Méthode d'observation mosaïque

5.2.1 Mosaïque en EBSD

Pour cartographier des grandes zones d'intérêt en EBSD, imager une zone avec un faible grandissement apporte quelques difficultés. En effet, la forte inclinaison de l'échantillon implique d'avoir plusieurs distances de travail pour les différentes régions de la zone d'intérêt. Ceci dégrade la qualité des motifs de diffraction et donc de l'acquisition. Pour éviter ces difficultés, les mosaïques EBSD ont été développées. Les acquisitions mosaïques permettent de couper la zone d'intérêt en plusieurs champs et de réaliser une acquisition EBSD sur chacun de ces champs avec un grandissement plus important [11]. La forte inclinaison de l'échantillon implique tout de même des distorsions sur chaque champ. Or ces distorsions introduisent des artéfacts dans les cartographies [10]. Dans ce cas, les acquisitions né-

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

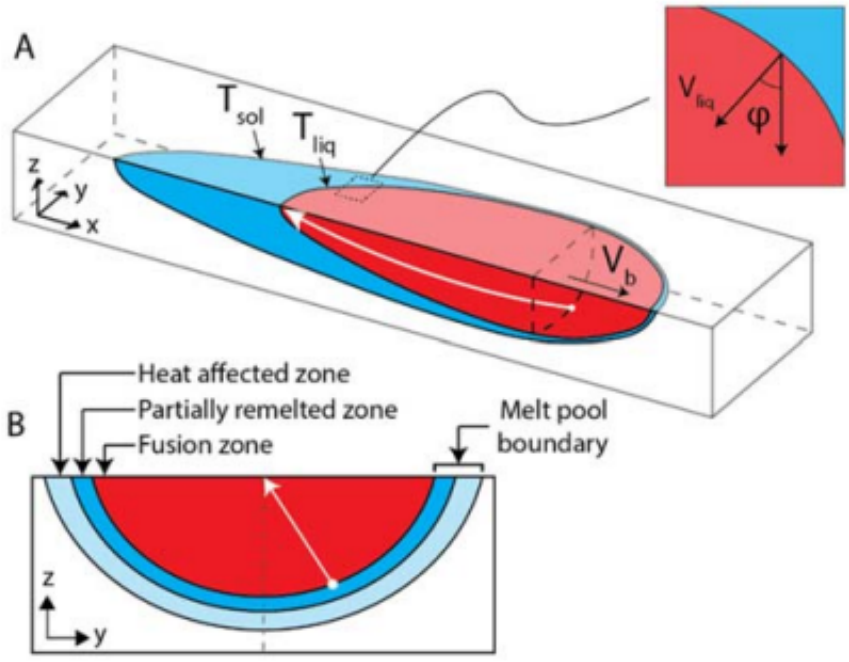

FIGURE 5.2 – Bain de fusion créé par le laser lors du balayage en impression 3D. Un gradient de température apparaît dans l'échantillon. a) Vu en 3D b) Coupe transverse sur le plan (O,Y,Z). Figure issue de [9]

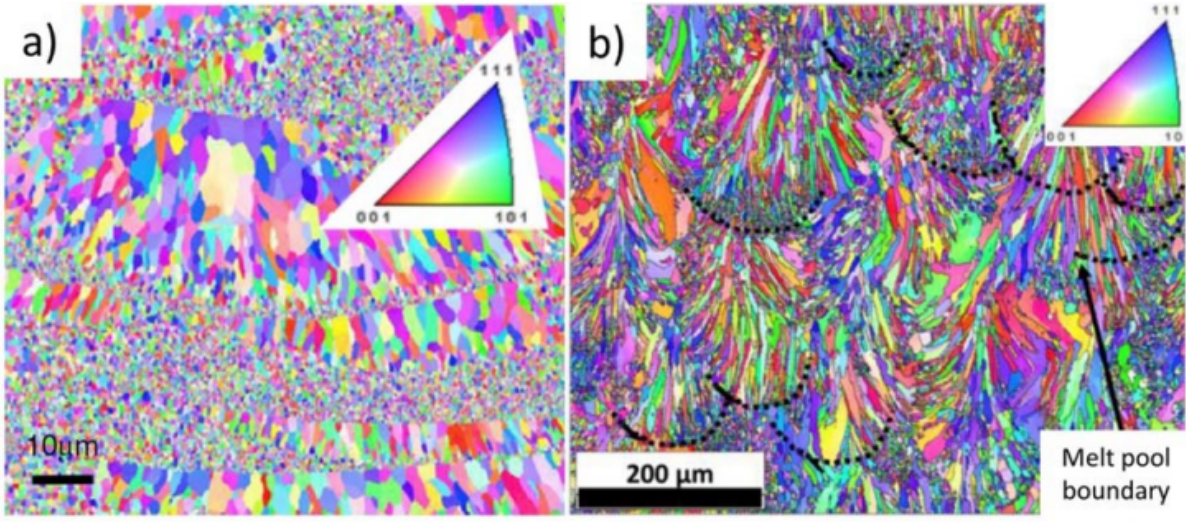

FIGURE 5.3 – Grains équiaxes submicroniques se formant à la limite du bain de fusion. IPF Z (direction de construction) issu d'EBSD a) Al–4.6Mg–0.66Sc–0.42Zr–0.49Mn [13] ; b) Al–1.5Cu–0.8Sc–0.4Zr [14]

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

cessitent alors des analyses avec des techniques complémentaires comme ACOM au TEM par exemple [5].

Sachant que les acquisitions eCHORD sont réalisées avec une inclinaison d'échantillon autour de 10°, ces distorsions d'images peuvent être négligeables comparées à celles présentes en EBSD. L'utilisation de la méthode eCHORD semble donc avantageuse pour analyser des cartes d'orientations sur de grandes zones d'intérêt.

5.2.2 Vers des acquisitions mosaïque en eCHORD

Afin de cartographier des grandes zones d'intérêts au MEB avec la méthode eCHORD, une première étude avait été menée sur l'obtention de cartes à faible grandissement [7]. Cette étude a été évoquée en chapitre 1 (section 1.3.3). Pour balayer une grande zone d'intérêt, de quelques millimètres de largeur, le faisceau incident est fortement dévié. Il ne forme donc pas le même angle avec la normale de l'échantillon suivant s'il balaye le centre de la zone d'intérêt ou les bords. Cela induit des désorientations. En effet, il a été montré que sur un monocristal de silicium des désorientations jusqu'à 3,5° apparaissent entre l'orientation du centre de la zone d'intérêt et celles aux bords. Des corrections sur ces désorientations induites par la déviation du faisceau sont ensuite proposées par (C.Lafond et Al)[7].

Un inconvénient pour cartographier des larges champs avec cette dernière solution provient de la limite sur l'instrumentation, qui ne permet de balayer, au maximum, que des zones de l'ordre du mm^2. Or il a été montré que pour certaines applications, des champs de vue plus grand que le millimètre étaient nécessaires. Afin de palier cet inconvénient et également d'éviter l'utilisation d'une correction, sur les orientations lors de l'indexation, le choix a été fait d'implémenter une procédure permettant d'acquérir des cartographies de type mosaïque en eCHORD. L'acquisition mosaïque permet également d'avoir des cartes bien résolues spatialement pour des conditions d'acquisitions standards.

Cette technique a déjà été présentée en section 2.5, cette partie présentera une application sur un matériau issu de fabrication additive.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

5.3 Application pour un matériau issu de la fabrication additive

5.3.1 Les mosaïques au service de la résolution spatiale

Un échantillon de fabrication additive SLM a donc été observé avec des acquisitions mosaïques. Il s'agit d'un échantillon d'Al-Mg-Zr. La figure 5.4 montre les résultats sur une acquisition mosaïque avec 4 champs différents comme l'exemple en figure 2.15. Les séries sont recollées après avoir été alignées. Effectuer le recollage avant l'alignement permettrait d'éviter d'aligner chaque champ, qui compose une série, séparément. Or, en procédant ainsi, la région commune entre les différents champs change pour chaque image de la série. De plus, l'algorithme utilisé n'est pas assez robuste pour recoller ces champs avec les décalages des images dans les séries des différents champs pour l'exemple présenté ici.

Sur la figure, il est possible d'observer un bain de fusion avec des grains colonnaires allant jusqu'à une centaine de micromètres en taille, et également des plus petits grains équiaxes submicroniques.

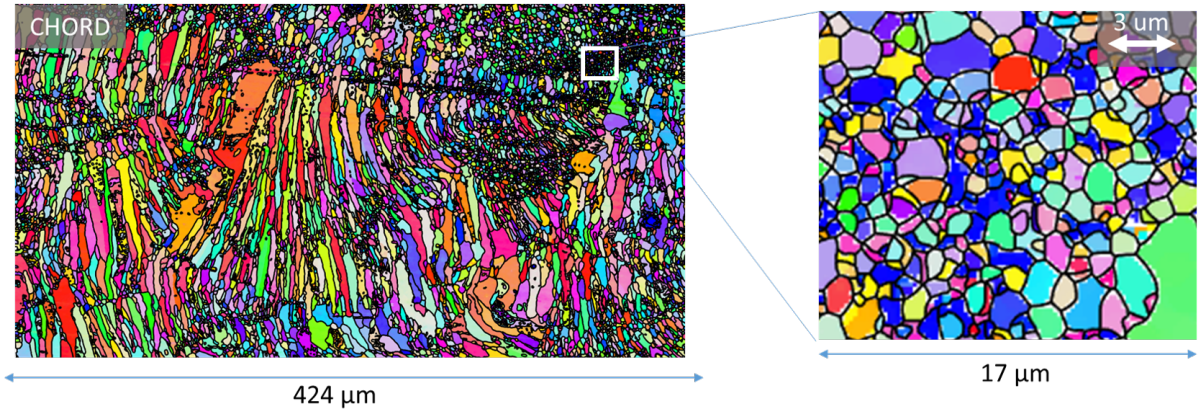

FIGURE 5.4 – Mosaïque eCHORD (2x2) d'un échantillon d'alliage d'aluminium (Al-Zr) obtenu par fabrication additive SLM. eCHORD à 10kV, 10° et indexé avec une base de 6M de profils d'aluminium. Un zoom est affiché à droite.

Les résultats ont été comparés à ceux issus d'EBSD. La largeur de la zone d'intérêt choisie était suffisante pour pouvoir réaliser une acquisition EBSD d'un seul champ, pour pouvoir comparer notamment la résolution spatiale des deux acquisitions pour un temps de faisceau équivalent. Les différentes conditions d'acquisitions sont présentées dans le tableau 5.1.

Le temps d'acquisition est légèrement plus petit pour l'EBSD mais la zone est également plus petite. Pour un temps équivalent, la taille en pixel eCHORD est 3,4 fois plus petite. De même la tension d'accé-

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Paramètres	eCHORD	EBSD
Taille de pixel	0,236 μm	0,8 μm
Temps d'acquisition	48 minutes	35 minutes
Temps d'indexation	6 heures (base de 6M de profils)	-
Taille de la zone	424x232 μm / 1,7 M pixels	340x150 μm / 0,08 M pixels
Tension d'accélération	10kV	15kV
Pas de rotation	5°	-
Inclinaison de l'échantillon	10°	70°
Taux de recouvrement de chaque champ	20% sur 2x2 champs	-

TABLE 5.1 – Paramètres d'acquisition pour eCHORD et EBSD

lération choisie est plus petite en eCHORD. Cela entraîne un plus petit volume d'interaction donc une meilleure résolution spatiale pour eCHORD. Par contre un inconvénient peut être soulevé étant donné les paramètres présentés : celui du temps d'indexation. En effet, les mosaïques sont composées de plus de pixels que des images classiques eCHORD, donc le temps d'indexation devient assez important, 6 heures pour cet exemple.

La figure 5.5 montre les IPFZ des obtenus avec les deux techniques. Il y a une zone commune entre les deux, représentée par un rectangle rouge sur l'IPFZ issu des données eCHORD. Les cartographies d'orientations montrent les mêmes orientations pour les plus gros grains, tandis que les plus petits grains ne peuvent pas être comparés avec ce champ de vue. Les plus grands grains peuvent mesurer jusqu'à plusieurs dizaines de micromètres dans leur longueur.

5.3.2 Les mosaïques pour des études statistiques à plus large champs

Les paramètres confirment une meilleure résolution spatiale pour eCHORD. En effet, la figure 5.6 montre un zoom sur les zones où il est possible d'observer les plus petits grains obtenues sur les deux cartographies. Les zooms ne représentent pas les mêmes zones. En effet, dans un premier temps, les zones sélectionnées en EBSD et eCHORD sont les zones où les grains visibles sont les plus petits. Or, pour l'acquisition eCHORD, les grains les plus petits ne se situent pas dans la zone d'intérêt commune avec l'acquisition EBSD.

Sur la figure 5.6 b, il est possible d'observer des grains qui ont un diamètre de 500nm avec l'acquisition mosaïques eCHORD. Avec l'acquisition EBSD les plus petits grains observables ont un diamètre de quelques micromètres. Cela confirme une meilleure résolution spatiale pour eCHORD pour un temps de faisceau équivalent. De plus des observations ont montré qu'il était possible d'observer des objets

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

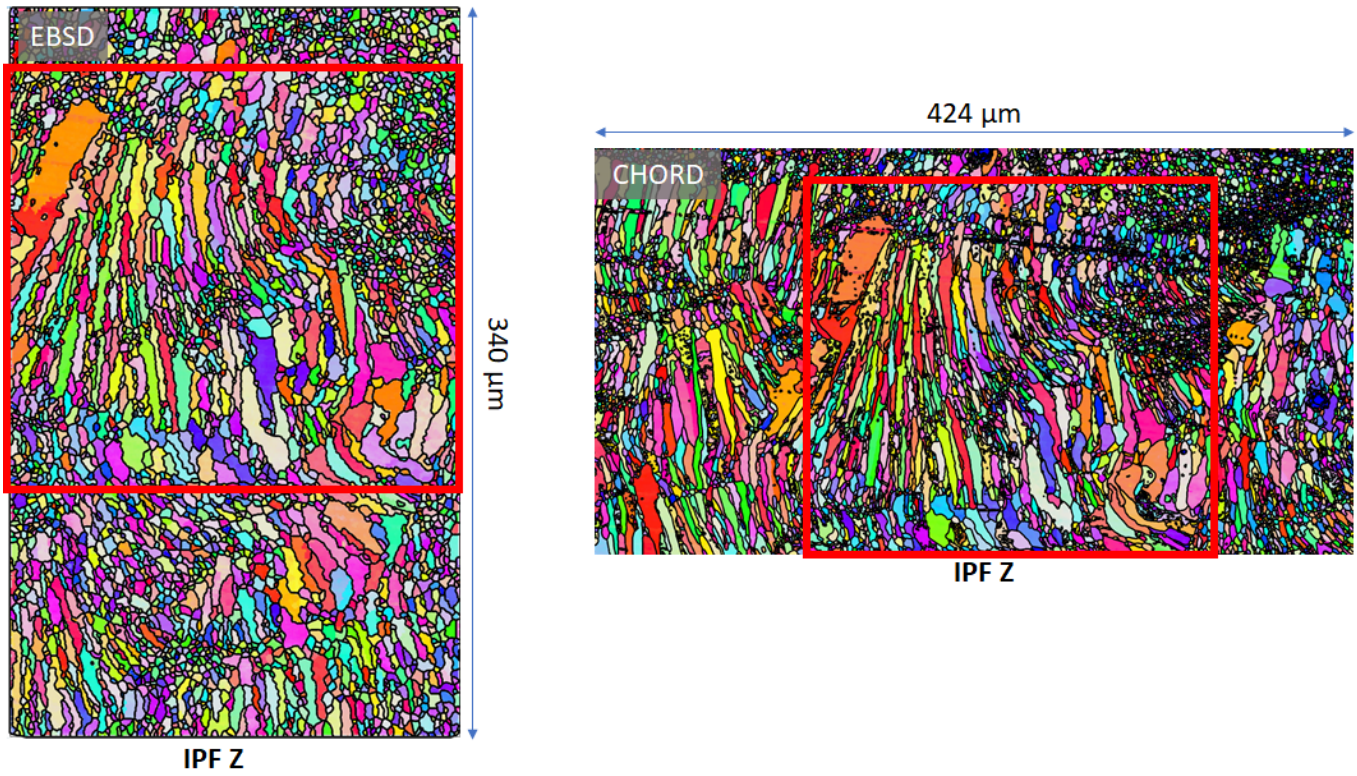

FIGURE 5.5 – IPF Z d'un échantillon d'Al-Zr obtenue par fabrication additive SLM avec les données issues de a) EBSD après une correction de zones non indexées et b) eCHORD. La zone d'intérêt EBSD est tracée en rouge.

avec un diamètre de 50 à 60 nanomètres avec eCHORD. Ceci provient de la possibilité d'obtenir des cartographies d'orientation eCHORD pour des tensions d'accélération des électrons inférieures à 1kV [8].

Lorsqu'une zone commune est prise pour des grains de quelques micromètres, les données eCHORD montrent une région avec des plus petits grains qu'en EBSD. La résolution spatiale choisie pour l'observation d'un tel échantillon n'est pas suffisante pour l'EBSD, il serait nécessaire d'effectuer des acquisitions plus longues en EBSD ou alors de faire un grand champ sur plusieurs bains de fusion et une acquisition zoomée sur les plus petits grains.

Un exemple de mosaïque avec 2x2 champs a été présenté. Or, l'acquisition a été automatisée pour n'importe quel nombre de champs, il n'y a donc pas de limites dans la taille de la zone à imager. Il est donc possible de faire des acquisitions avec une largeur centimétrique en multipliant le nombre

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

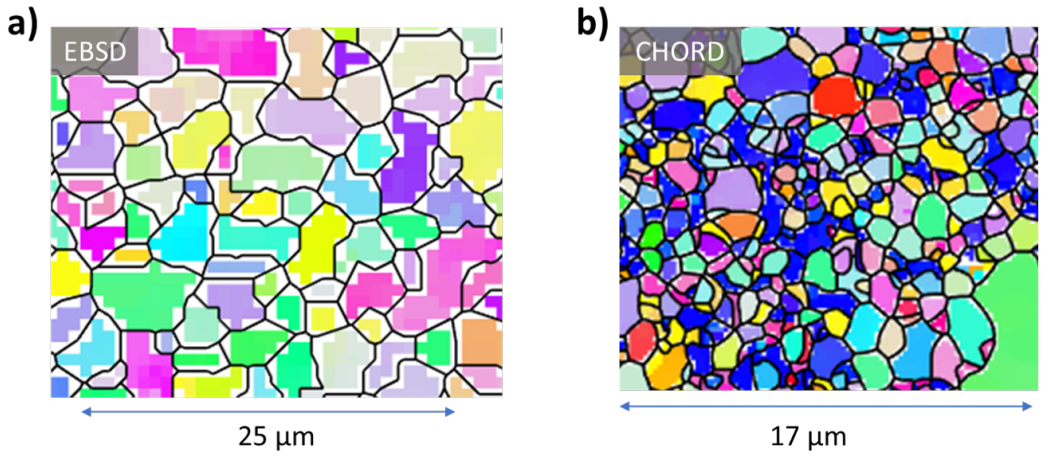

FIGURE 5.6 – Zoom sur les régions sur lesquelles les plus petits grains sont observables pour a) EBSD avec une taille de pixel de : 0,80 μm b) eCHORD avec une taille de pixel de : 0,24 μm (Les régions ne sont pas communes)

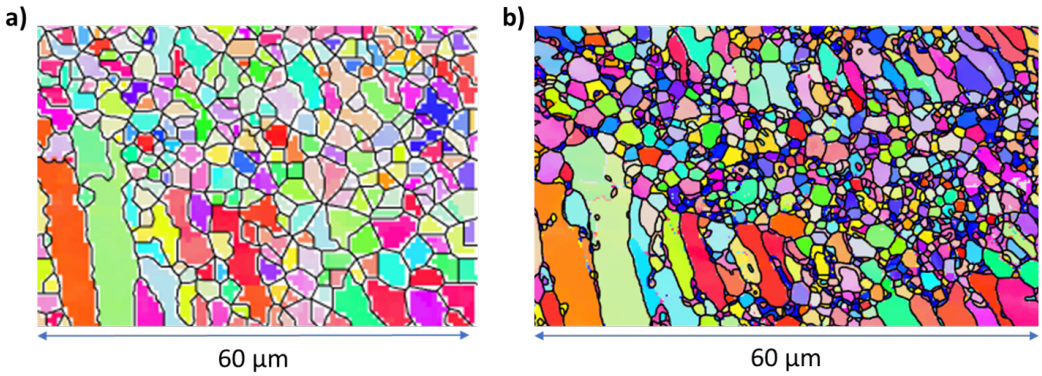

FIGURE 5.7 – Zoom sur une région commune sur laquelle des grains submicroniques apparaissent. a) EBSD b) eCHORD

de champs pour éviter la déviation de faisceau sur un champ. L'inconvénient reste le temps de calcul pour l'indexation, mais celui ci dépend des performances de l'ordinateur. Or, le logiciel d'indexation est développé en parallèle par l'entreprise Axonsquare et une optimisation du logiciel d'indexation est en cours pour passer les calculs sur carte graphique avec pour objectif de diviser le temps d'indexation par 10, minimum.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

5.4 Conclusion du chapitre

Pour montrer l'observation multiéchelle par eCHORD, l'étude s'est portée sur un échantillon de fabrication additive SLM. En effet, de tels échantillons possèdent des structures hétérogènes en taille avec des grains submicroniques et d'autres allant jusqu'à une centaine de micromètres. Pour observer de telles structures, une acquisition mosaïque eCHORD a été automatisée. De plus, la méthode eCHORD semble être adaptée pour observer de tels échantillons, grâce à une meilleure résolution spatiale, comparée à une technique comme l'EBSD. Cette résolution est due à la possibilité d'effectuer des acquisitions avec une faible tension d'accélération des électrons [8] mais également de l'inclinaison de l'échantillon beaucoup plus faible, aux alentours de 10°. La mosaïque permet donc d'acquérir des cartographies d'orientation avec une grande zone d'intérêt, un champ de vue de quelques millimètres et plus encore suivant le nombre de champs pris. De plus, ces cartographies possèdent une bonne résolution spatiale avec des temps d'acquisition corrects.

Le temps d'obtention des cartographies est cependant limité par l'indexation d'une série d'images avec beaucoup de pixels (6h pour celle présentée ici). Or le logiciel d'indexation est développé en parallèle par l'entreprise Axonsquare, et l'utilisation de carte graphique (GPU) pour l'indexation permettrait de réduire ce temps de façon considérable. Une autre perspective consiste à automatiser l'alignement des différents champs et leur recollage.

Une nouvelle étude pour confirmer un gain de résolution spatiale à pas équivalent entre EBSD et eCHORD a débuté au laboratoire Matéis. Cette étude se focalise alors sur les acquisitions à faible tension d'accélération d'électron (autour de 1kV).

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Ce qu'il faut retenir

La fabrication additive SLM peut entraîner des hétérogénéités en taille dans les matériaux. Ces structures hétérogènes peuvent être analysées avec une acquisition mosaïque eCHORD pour avoir une grande zone d'intérêt permettant d'observer plusieurs bains de fusion avec une résolution spatiale suffisante pour les grains submicroniques. De plus, pour un temps de faisceau équivalent les mosaïques eCHORD montrent une meilleure résolution spatiale aux acquisitions EBSD.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Bibliographie

[1] Nesma T. Aboulkhair, Nicola M. Everitt, Ian Ashcroft, and Chris Tuck. Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 1-4 :77–86, October 2014.

[2] Nesma T. Aboulkhair, Marco Simonelli, Luke Parry, Ian Ashcroft, Christopher Tuck, and Richard Hague. 3D printing of Aluminium alloys : Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting. *Progress in Materials Science*, 106 :100578, December 2019.

[3] Iso Astm. ASTM52900-15 standard terminology for additive manufacturing general principles terminology. *ASTM International, West Conshohocken, PA*, 3(4) :5, 2015.

[4] William E. Frazier. Metal Additive Manufacturing : A Review. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 23(6) :1917–1928, June 2014.

[5] Melek GENC, Pierre Eloi, Jean-Jacques Blandin, Céline Pascal, Patricia Donnadieu, Frédéric De Geuser, Pierre Lhuissier, Christophe Desrayaud, and Guilhem Martin. Optimization of the strength vs. conductivity trade-off in an aluminium alloy designed for laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering : A*, 858 :144139, 2022.

[6] J-P. Kruth, P. Mercelis, J. Van Vaerenbergh, L. Froyen, and M. Rombouts. Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting. *Rapid Prototyping Journal*, 11(1) :26–36, February 2005.

[7] C. Lafond, T. Douillard, S. Cazottes, M. De Graef, P. Steyer, and C. Langlois. Towards large scale orientation mapping using the eCHORD method. *Ultramicroscopy*, 208 :112854, January 2020.

[8] C. Lafond, T. Douillard, H. Saad, S. Deville, S. Meille, Ph. Steyer, S. Cazottes, and C. Langlois. eCHORD orientation mapping of bio-inspired alumina down to 1 kV. *Materialia*, 20 :101207, December 2021.

[9] Richard A. Michi, Alex Plotkowski, Amit Shyam, Ryan R. Dehoff, and Sudarsanam Suresh Babu. Towards high-temperature applications of aluminium alloys enabled by additive manufacturing. *International Materials Reviews*, 67(3) :298–345, April 2022.

[10] D. Rowenhorst. Removing Imaging Distortions Through Automatic Stitching of EBSD Mosaics. *Microscopy and Microanalysis*, 19(S2) :840–841, August 2013.

[11] A.R. Shiveley, P.A. Shade, A.L. Pilchak, J.S. Tiley, and R. Kerns. A novel method for acquiring large-scale automated scanning electron microscope data : METHOD FOR ACQUIRING LARGE-SCALE AUTOMATED SEM DATA. *Journal of Microscopy*, 244(2) :181–186, November 2011.

[12] Thomas G. Spears and Scott A. Gold. In-process sensing in selective laser melting (SLM) additive manufacturing. *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*, 5(1) :16–40, December 2016.

[13] A. B. Spierings, K. Dawson, T. Heeling, P. J. Uggowitzer, R. Schäublin, F. Palm, and K. Wegener. Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting. *Materials & Design*, 115 :52–63, 2017.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

[14] Saket Thapliyal, Mageshwari Komarasamy, Shivakant Shukla, Le Zhou, Holden Hyer, Sharon Park, Yongho Sohn, and Rajiv S. Mishra. An integrated computational materials engineering-anchored closed-loop method for design of aluminum alloys for additive manufacturing. *Materialia*, 9 :100574, March 2020.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

La caractérisation de la microstructure est une étape nécessaire pour l'étude des propriétés. Afin de remonter à une distribution de tailles de grains, ou des textures, ou une distribution de phase, des techniques réalisent des cartographies d'orientation cristalline dans un MEB. L'avantage de cet instrument réside dans la possibilité d'observer des échantillons massifs à des échelles pouvant aller du millimètre à une centaine de nanomètres. La méthode eCHORD exploite des images BSE acquises dans un MEB, pour remonter à des cartographies d'orientation cristalline, permettant la caractérisation de la microstructure. L'objectif de ce travail de thèse était alors d'améliorer cette méthode afin de réaliser des caractérisations multiéchelles de microstructures d'alliages d'aluminium. Les différents axes pour réaliser cet objectif ont alors été :

1. De développer les outils et les méthodes pour analyser les données eCHORD.
2. D'optimiser et vérifier la robustesse de la méthode eCHORD.
3. D'effectuer des discriminations de phases lors de l'indexation des profils expérimentaux.
4. D'optimiser l'acquisition pour cartographier de grandes zones d'intérêt en gardant une bonne résolution spatiale.

Pour le premier point, les orientations cristallines, en sortie d'indexation, ont été corrigées pour respecter les repères définis pour eCHORD. Ces corrections ont été effectuées pour avoir des résultats directement comparables avec des analyses EBSD, obtenus avec les logiciels Aztec et Mtex. Ensuite, des séries d'images eCHORD virtuelles ont été développées pour vérifier plusieurs points. Les premières utilisations de ces séries ont permis d'établir un coefficient qualifiant la qualité d'alignement

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

des images. De plus, lors des étapes de traitements d'images, cela a permis de prouver que la perte d'information n'est que d'un pixel autour des objets suite aux étapes de débruitage et d'alignement des images chapitre 2.

La discrimination de phases est utilisée pour construire des cartographies de phase. Ces cartographies permettent d'observer la répartition spatiale des phases sur la zone d'intérêt. Pour la discrimination de phase avec eCHORD, il faut distinguer deux situations :

— Le contraste chimique entre les différentes phases est trop prononcé pour observer un contraste issu de la canalisation des électrons dans les phases (avec les mêmes réglages de brillance et de contraste). Dans ce cas, une acquisition par phase, doit être réalisée, avec différents réglages du contraste et de la brillance. La discrimination de phase est alors réalisée chimiquement. Une indexation est également réalisée pour chaque phase, séparément.

— Le contraste chimique entre les différentes phases est proche. Il permet d'observer une variation d'intensité dans toutes les phases au cours de la rotation de l'échantillon.

Le chapitre 3 présente alors la discrimination de phase pour le deuxième cas. Dans ce cas, la discrimination de phase peut s'effectuer lors de l'indexation des profils. Cette étude a montré que pour une orientation donnée, les profils de différentes phases seront suffisamment caractéristiques de leur structure cristallographique pour être discriminés. L'étude s'est par la suite concentrée sur la discrimination de phases entre une phase de silicium et une phase d'aluminium. Ces phases possèdent des structures cristallographiques très proches. Ce dernier point pose des difficultés lors de la discrimination de phase en utilisant la technique EBSD. Celle-ci doit alors être couplée à l'EDS pour discriminer ces phases. La méthode eCHORD quant à elle permet de discriminer les phases avec un taux d'erreur eérimental d'environ 5%.

Lors d'une acquisition eCHORD, les images BSE fournissent un profil d'intensité pour chaque pixel de la zone d'intérêt. Ces profils sont par la suite utilisés pour remonter à une orientation cristalline. Des informations microstructurales comme la taille de grain peuvent être déduites des contrastes observés des images BSE, sans passer par les orientations. Un profil peut être comparé à un autre en utilisant un produit scalaire. Ainsi pour chaque pixel, une valeur appelée 'Distance' est retenue. Le chapitre 4 montre que les distances obtenues en comparant les profils avec les profils de leurs pixels voisins peuvent être utilisées comme une mesure indirecte de la désorientation. Cela permet notamment de remonter à des tailles de grains, des déformations intragranulaires ou encore des fractions

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

recristallisées, rapidement.

Dans le but d'observer de grandes zones d'intérêts, une acquisition automatique de séries eCHORD, de type mosaïque, a été développée (chapitre 5). Elle a été appliquée pour caractériser la microstructure d'un alliage d'aluminium issu de fabrication additive. Cet alliage possède une structure hétérogène en taille avec des grains allant d'une centaine de micromètres à une centaine de nanomètres. Les acquisitions de type mosaïque avec eCHORD permettent de cartographier des champs de plusieurs millimètres sans distorsion, avec une vitesse d'acquisition bien plus élevée qu'en EBSD. Néanmoins, les temps de traitements sont relativement conséquents. Cela permet d'avoir rapidement une vue d'ensemble d'une large zone avant de réduire l'indexation sur de plus petites zones par la suite.

Perspectives

Robustesse et indice de qualité

Une des limites soulevées grâce à l'utilisation de séries virtuelles est la robustesse de l'indexation. En effet lors d'indexation d'une série expérimentale, des orientations peuvent être mal indexées. Pour réduire ces erreurs d'orientation il serait possible d'effectuer deux acquisitions avec un angle de tilt différent ou une tension différente. Les profils eCHORD sont alors différents pour chaque pixel entre les deux acquisitions. Deux bases de données peuvent aussi être construites avec les paramètres de deux acquisitions. Enfin les séries d'images des deux acquisitions sont superposées. Un profil sur un pixel de la nouvelle série obtenue est alors composé des profils des deux acquisitions qui se suivent. Les profils théoriques sont ensuite modifiés de la même façon. Pour une orientation, le nouveau profil est composé des profils des deux bases de données qui se suivent. L'indexation sur cette nouvelle série avec cette nouvelle base prend alors en compte les données des deux acquisitions. Les orientations mal discriminées auront moins de chance d'avoir un profil similaire pour les deux conditions avec une autre orientation. Cela pourrait permettre d'éviter certaines erreurs d'indexation. L'inconvénient de cette solution est que les temps d'indexation et d'acquisition sont doublés. De plus le volume d'interaction n'est pas le même en changeant l'angle d'inclinaison ou la tension d'accélération.

Il a été montré en **??** que la cartographie de distance seule n'était pas suffisante pour servir d'indice de qualité. Une autre approche est alors envisagée pour définir un indice de qualité pour chaque pixel.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Inspiré par M.De Graef et al., plusieurs solutions peuvent être retenues lors de l'indexation. Pour un pixel, les n premiers profils théoriques qui ont les meilleures distances avec le profil expérimental peuvent être gardés. Les orientations associées aux meilleurs profils peuvent alors être comparées entre elles pour déterminer un indice de qualité. Si une forte désorientation est présente entre ces n meilleurs profils alors cela signifie que plusieurs orientations sont candidates pour un même pixel et que la solution trouvée n'est pas certaine. Cet indice de qualité pourrait alors mettre en évidence les erreurs d'indexation. L'inconvénient serait encore d'allonger le temps de calcul pour chercher les meilleures solutions pour chaque pixel.

Temps de calcul

Pour obtenir une résolution spatiale similaire, le temps d'acquisition eCHORD est légèrement plus faible que celui de l'EBSD. Néanmoins, pour eCHORD le temps d'indexation peut prendre plusieurs heures. Ce temps devient encore plus important s'il y a plusieurs phases à analyser, ou pour de grandes cartes avec un nombre plus important de pixels, telles que les séries mosaïques. Afin de réduire ce temps de calcul, les calculs devront être réalisés sur les cartes graphiques. Les algorithmes doivent etre recodés pour ce type de calcul. L'évolution constante des machines de calcul permettrait également de réduire le temps de calcul dans le futur. Mais encore pour réduire les temps de chargement des bases de données et réduire la mémoire utilisée, les profils peuvent être générés en direct lors de l'indexation. Enfin une autre approche consiste à appliquer un algorithme de clustering en amont de l'indexation. Ainsi il suffit de rechercher une seule orientation qui sera associée à tous les pixels d'un même grain. Cela réduirait considérablement le temps de calcul mais avec une perte sur la résolution angulaire. Les résultats peuvent néanmoins être affinés par la suite en indexant les pixels d'un grain avec une base de donnée constituée uniquement d'orientation faiblement désorientée ($<5°$) avec l'orientation du grain retenue préalablement.

Couplage eCHORD et EDS

Pour faciliter la discrimination de phase, l'acquisition eCHORD pourrait être couplée à une acquisition EDS. L'avantage de la faible inclinaison de l'échantillon avec eCHORD, comparé à d'autres techniques, est de recevoir plus de signal par le detecteur EDS pour une meilleure précision. Plusieurs

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

approches peuvent alors être considérées comme effectuer une analyse EDS pour tous les pixels de la zone en amont de l'acquisition eCHORD ou obtenir un spectre pour chaque pixel d'une image, et pour chaque image de la série eCHORD.

Etude de taille de grains à partir d'images BSE

La nécessité d'obtenir des tailles de grains rapidement a fait naître un projet d'étude industriel appelé TACT. Ce projet a pour objectif de développer une machine pour remplacer les analyses aux microscopes optiques qui donnent des résultats qui sont dépendants de l'opérateur. Or les contrastes de canalisation issus d'une acquisition eCHORD permettent de remonter à des tailles de grains. La méthode envisagée est donc d'acquérir quelques images pour contruire une série eCHORD avec un grand pas de rotation. Ensuite des techniques de segmentation sont appliquées sur les images BSE pour reconstruire les grains.

Acquisition sans surplatine

La méthode eCHORD permet de s'affranchir de l'utilisation d'une caméra spécifique pour réaliser des cartographies d'orientation eu MEB. Néanmoins, la méthode d'acquisition a été automatisée en utilisant une surplatine. Une méthode d'acquisition automatique sans surplatine est alors étudiée. Le problème majeur est que la zone d'intérêt ne se situe plus sous le faisceau incident après chaque pas de rotation, si elle n'est pas alignée avec le centre de rotation de la platine et le faisceau incident. Les coordonnées du centre de la zone d'intérêt par rapport au centre de rotation de la platine peuvent être calculées. Il est alors possible de déterminer les coordonnés du centre d'intérêt après avoir appliqué le pas de rotation. Ensuite, la translation à réaliser pour atteindre la zone d'intérêt est transmise au microscope. Enfin, une image est acquise pour effectuer une corrélation d'image avec la première image de la série pour repositionner la zone d'intérêt plus finement. L'inconvénient est que la durée d'acquisition augmente mais cela libère de la place dans la chambre du MEB pour utiliser un autre dispositif et notamment réaliser des acquisitions eCHORD in situ.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

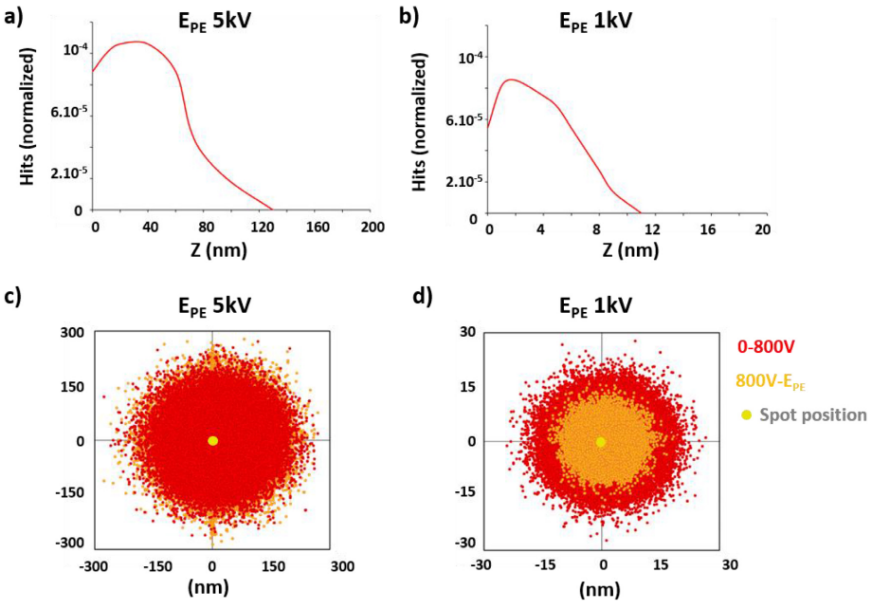

FIGURE 5.8 – (a) et (b) Distribution de la profondeur d'échappement (Z) des BSE, calculée à partir de simulations de Monte-Carlo (CASINO v2.51 ;5.105, trajectoires d'électrons dans l'alumine ; inclinaison du faisceau de 15°) à (a) une énergie électronique primaire de 5 kV et (b) une énergie électronique primaire de 1 kV. (c) et (d) Simulations de Monte Carlo avec le programme HURRICANE (mêmes conditions que les simulations CASINO) mettant en évidence la zone d'émergence des BSE à la surface de l'échantillon. Les taches rouges correspondent aux BSE avec une énergie allant de 0V à 800 V ; les taches orange correspondent aux BSE avec une énergie allant de 800V à 1 kV. Figure issue de [1].

Acquisition à faible tension d'accélération vers une amélioration de la résolution spatiale

La possibilité de réaliser des acquisitions eCHORD avec une tension d'accélération inférieure à 1kV a été montrée (section 1.3.3)[1]. La diminution du volume d'interaction, due à la faible tension, rend alors possible la caractérisation de structure nanométrique sans avoir recours aux techniques TKD ou à un MET. En effet en observant la figure 5.8 le volume d'interaction est 10 fois plus faible en passant d'une tension de 5kV à 1kV.

Des études pour adapter les simulations des profils théoriques pour ces faibles tensions sont nécessaires. L'objectif par la suite sera de vérifier expérimentalement ce gain de résolution spatiale.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Bibliographie

[1] C. Lafond, T. Douillard, H. Saad, S. Deville, S. Meille, Ph. Steyer, S. Cazottes, and C. Langlois. eCHORD orientation mapping of bio-inspired alumina down to 1 kV. *Materialia*, 20 :101207, December 2021.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Annexes

Code importation acquisition eCHORD sur Mtex

Code d'importation pour une acquisition eCHORD d'alliages d'aluminium :

```
%% Import Script for CHORD Data
% This script was automatically created by the import wizard. You should run the whoole script or parts of it in order to import your data. There is no problem in making any changes to this script.
%% Specify Crystal and Specimen Symmetries
% crystal symmetry
CS = ...
'notIndexed',...
crystalSymmetry('m-3m', [4 4 4], 'mineral', 'Aluminium', 'color', [0 0 1]),...
'notIndexed';
% plotting convention
setMTEXpref('xAxisDirection','west');
setMTEXpref('zAxisDirection','outOfPlane');
%% Specify File Names
% path to files
pname = 'C :\datapath';
% which files to be imported
fname = [pname '\filename.CTF'];
%% Import the Data
% create a CHORD variable containing the data
```


Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

```
CHORD = EBSD.load(fname,CS,'interface','generic',...
'ColumnNames',  'Phase' 'x' 'y' 'Quat real' 'Quat i' 'Quat j' 'Quat k', 'Quaternion', 'Active Rotation') ;
%% Correct Data
rot = rotation.byEuler(0*degree,180*degree,180*degree) ;
CHORD = rotate(CHORD,rot,'keepEuler') ;
%% Correct Data
rot2 = rotation.byEuler(-90*degree,0*degree,0*degree) ;
CHORDdata = rotate(CHORD,rot2,'keepXY') ;
```


Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Calcul de désorientation

Afin de comparer les résultats, notamment avec l'EBSD, des calculs de désorientation peuvent être effectués. Des codes en langage python ont été développés pour réaliser ces comparaisons entre deux orientations. Ils permettent de calculer un angle de désorientation en prenant en compte les symétries, pour retenir seulement le plus petit angle de désorientation. En effet, lorsque les symétries et les orientations ont bien été définies, il est possible de comparer deux orientations en calculant un angle de désorientation. Un angle de désorientation est défini comme l'angle minimum nécessaire pour passer d'une orientation à une autre. Prenons comme exemple deux cristaux (A et B) comme en figure 5.9 où le repère $(\vec{x}, \vec{y}, \vec{z})$ est celui lié à l'échantillon.

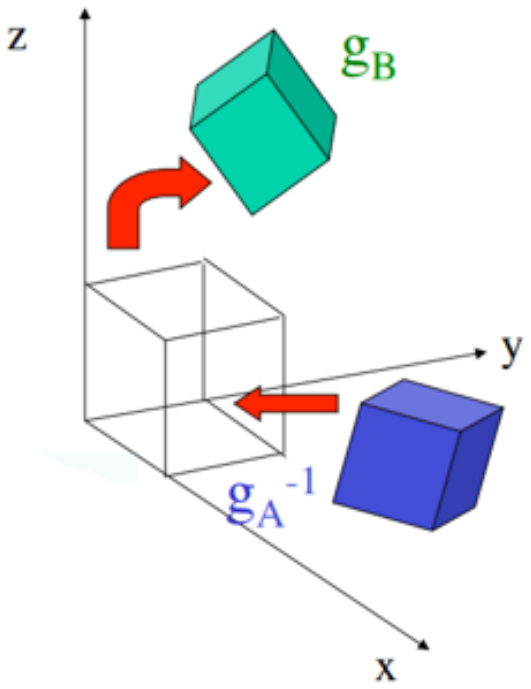

FIGURE 5.9 – Calcul de désorientation entre deux grains, deux mailes cristallines sont représentées en bleu et en vert, dans le repère de l'échantillon, avec une orientation différente. Transformation appliquée pour exprimer les coordonnées de la maille du grain A dans le repère orthonormé lié au grain B. Figure issue cours A. Rollet.

Il est alors possible d'écrire les coordonnées d'un vecteur défini dans le repère orthonormé du cristal

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

A dans le repère de l'échantillon, en prenant en compte les symétries, grâce à l'inverse de la rotation passive définissant l'orientation de ce cristal. Ensuite il suffit d'appliquer une autre rotation passive sur le vecteur (orientation du grain B), pour aller du repère de l'échantillon au repère orthonormé lié au cristal B. Ainsi les coordonnées du vecteur initialement exprimé dans le repère orthonormé lié au cristal A seront exprimées dans le repère orthonormé lié au cristal B. Ces nouvelles coordonnées permettent de calculer l'angle formé par ce vecteur (orientation grain A) et un vecteur dont les coordonnées sont déjà exprimées dans le repère orthonormé lié au cristal B (orientation grain B). L'angle formé entre ces vecteurs donnera alors la désorientation entre les deux grains.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Transformation sur les angles d'Euler pour passer d'une orientation définie dans eCHORD à une orientation définie dans EMsoft

Pour une représentation de l'orientation avec des angles d'euler et rotations, un ECP d'une structure cubique, centré sur l'orientation (0,5,0) a été simulé en convention HKL figure 5.10. Par la suite d'autres ECP on été construits, centrés sur des orientations différentes. Ces orientations au centre de l'ECP ont pu être exprimées dans le repère CHORD et EMsoft. Par exemple pour l'orientation (0°,5°,0°) de EMsoft il a été trouvé une orientation correspondante de (270°,175°,180°) dans le repère CHORD.

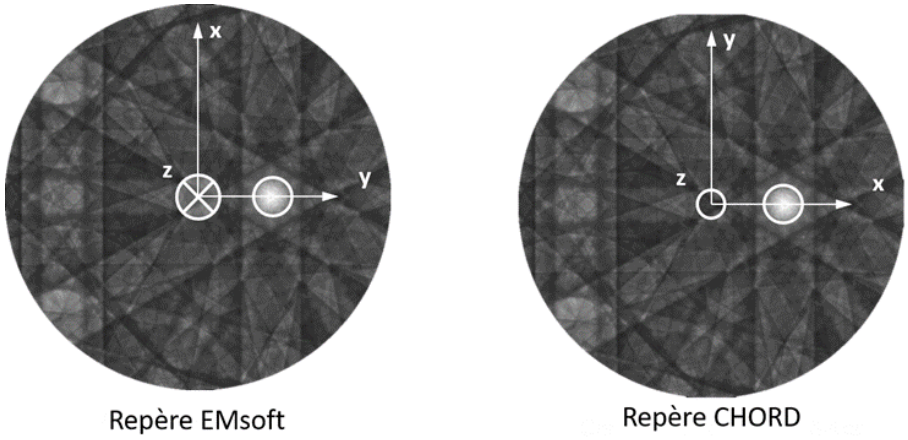

FIGURE 5.10 – ECP simulé avec les codes EMsoft de silicium centré sur (0°,5°,0°) avec un rayon de 13° pour une convention du repère lié au cristal avec la convention HKL associer au repère a)EMsoft, b) CHORD

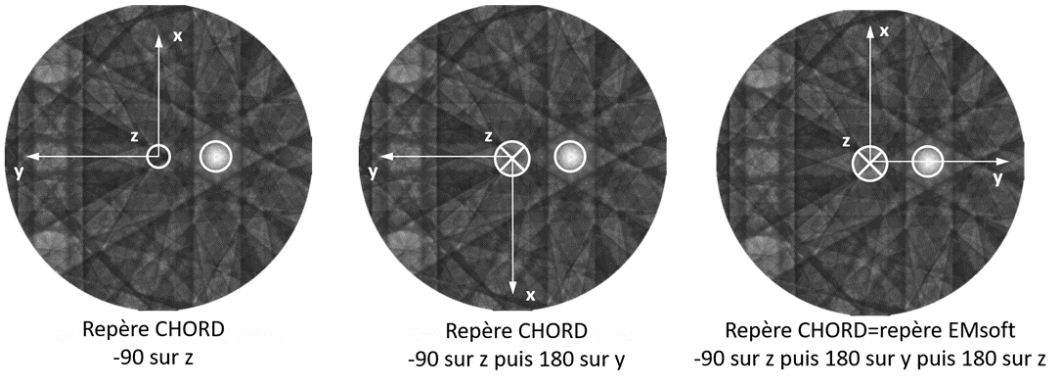

FIGURE 5.11 – Changement de repère CHORD EMsoft, Afin de passer d'un repère CHORD à EMsoft il suffit d'appliquer les trois transformations indiquées. ECP simulés de silicium.

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

En effet tout d'abord une rotation de 90° sur z permet d'aligner l'axe X CHORD et EMsoft comme en figure 5.11. En respectant pour la suite les changements de la figure 5.11, l'orientation CHORD correspondante est de (270°,175°,180°). Ainsi pour une convention HKL, pour passer d'un angle EMsoft à un angle CHORD avec des rotations passives la relation s'exprime sur les angles d'euler comme ceci :

$$(270 - \phi_1; 180 - \Phi; 180 + \phi_2) \tag{5.1}$$

De même on établit en convention TSL la relation :

$$(360 - \phi_1; 180 - \Phi; 180 + \phi_2) \tag{5.2}$$

Enfin pour des rotations actives en convention HKL :

$$(\phi_1 + 90; \Phi; \phi_2 + 90) \tag{5.3}$$

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés

FOLIO ADMINISTRATIF

THESE DE L'INSA LYON, MEMBRE DE L'UNIVERSITE DE LYON

NOM : Facchinetti

DATE de SOUTENANCE :

Prénoms : Romain

TITRE : Développement de la méthode eCHORD pour la caractérisation multiéchelle d'alliages d'aluminium

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2023ISAL0026

Ecole doctorale : Matériaux de Lyon

Spécialité : Matériaux

RESUME :

Les propriétés des matériaux métalliques sont étroitement reliées à leur microstructure. Les paramètres clés de la microstructure (taille des grains, présence de texture, description des phases présentes, état de déformation, etc…) sont souvent quantifiés via l'analyse de cartographies d'orientation. Les alliages d'aluminium présentent généralement des structures multiéchelles, qui sont généralement caractérisées par microscopie électronique à balayage (MEB) avec la technique EBSD. Les objets de taille nanométrique nécessitent alors l'utilisation d'une seconde technique de caractérisation, à savoir la Microscopie Electronique en Transmission.

La méthode electron CHanneling ORientation Determination (eCHORD), développée au laboratoire MATEIS, a été présentée en 2019. Les premiers résultats avaient révélé que cette méthode pouvait permettre d'obtenir des résolutions spatiales nanométriques, mais aussi de faire des cartographies d'orientation de grande taille à partir des variations de contraste de canalisation observés sur des séries d'images BSE. Dès lors, ce travail, réalisé dans le cadre du projet CHORDellium, regroupant l'entreprise Constellium et les laboratoires LGEF et MATEIS, vise à développer la méthode eCHORD dans le but de réaliser des cartographies d'orientation multiéchelle sur des alliages d'aluminium commerciaux.

Le premier objectif de ce travail a été de consolider l'approche de cette méthode via le développement d'outils adaptés au traitement et à la validation des données. **Le second but** de l'étude portait sur la capacité de la méthode à discriminer différentes structures cristallographiques. **Le troisième objectif** se focalisait sur la détermination de la taille des grains et de la fraction recristallisée directement à partir des images BSE, et sans utilisation des orientations cristallographiques. La méthode développée permet un gain de temps considérable par rapport à l'EBSD en termes de temps d'acquisition des données, et par rapport à eCHORD en termes de temps de calcul des cartographies. **Le dernier objectif** de la thèse a porté sur la réalisation de cartographies de type mosaïque à partir desquelles des cartes sur de très grandes zones de l'échantillon (mm ou cm) peuvent être obtenues, et présentant des résolutions spatiales particulièrement adaptées aux microstructures étudiées.

MOTS-CLÉS : Cartographies d'orientation cristalline, CHORD, EBSD, multiéchelle, caractérisation alliages d'aluminium, microstructure, microscope électronique à balayage.

Laboratoire (s) de recherche : MATEIS (Matériaux, Ingénierie et Science) – UMR 5510

Directeur de thèse : Cyril Langlois

Président de jury :

Composition du jury :	Laurent Barrallier	Professeur, ENSAM Aix en Provence,	rapporteur
	Emmanuel Bouzy	Professeur, LEM3 - Metz,	rapporteur
	Nathalie Bozzolo	Professeure, CEMEF Nice Sophia-Antipolis,	examinatrice
	Cyril Langlois	Maître de Conférences HDR, INSA de Lyon,	directeur de thèse
	Sophie Cazottes	Maître de Conférences HDR, INSA de Lyon,	co-encadrante
	Claire Maurice	Chargée de Recherche, Mines St-Etienne,	co-encadrante
	Bianca Frincu	Docteure, Constellium,	membre invitée

Cette thèse est accessible à l'adresse : https://theses.insa-lyon.fr/publication/2023ISAL0026/these.pdf
© [R. Facchinetti], [2023], INSA Lyon, tous droits réservés