



HAL
open science

La microscopie d'orientation et ses applications à l'étude des microstructures héritées par transformation de phase: État de l'art et Récents Développements

Nathalie Gey

► To cite this version:

Nathalie Gey. La microscopie d'orientation et ses applications à l'étude des microstructures héritées par transformation de phase: État de l'art et Récents Développements. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université de Lorraine; École doctorale C2MP - Chimie mécanique matériaux physique (Lorraine), 2021. tel-03335063

HAL Id: tel-03335063

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-03335063v1>

Submitted on 5 Sep 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

Discipline : Science des Matériaux

présentée par
Nathalie GEY

La microscopie d'orientation et ses applications à l'étude des microstructures héritées par transformation de phase : *Etat de l'art et Récents Développements*

Soutenance le 22 juillet 2021 à Metz (en distanciel), devant un jury composé de :

Mme Salima BOUVIER	<i>Professeur de l'Université de Technologie de Compiègne</i>	<i>Rapporteur</i>
Mr Thierry GLORANT	<i>Professeur de l'INSA de Rennes</i>	<i>Rapporteur</i>
Mme Muriel VERON	<i>Professeur de l'INP de Grenoble</i>	<i>Rapporteur</i>
Mr Alain HAZOTTE	<i>Professeur, Université de Lorraine, Metz</i>	<i>Examineur Parrain</i>
Mme Nabila MALOUFI	<i>Maitre de conférences, HDR, Université de Lorraine, Metz</i>	<i>Examineur</i>
Mr Lionel GERMAIN	<i>Maitre de conférences, HDR, Université de Lorraine, Metz</i>	<i>Invité</i>
Mr Michel HUMBERT	<i>Professeur, Université de Lorraine, Metz</i>	<i>Invité-excuse Retraité</i>

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Muriel Véron, Thierry Gloriant et Salima Bouvier pour avoir accepté avec beaucoup d'enthousiasme d'être rapporteur de ce travail.

Alain Hazotte, je te remercie d'avoir accepté d'être mon parrain scientifique. Nabila Maloufi, tu seras ma marraine scientifique. Vous êtes tous les deux les examinateurs internes à l'Université de Lorraine. Avant tout, vous êtes des collègues du LETAM puis du LEM3 qui me sont très chers. Je tiens à vous remercier tous les deux pour votre soutien, vos encouragements et pour la richesse des instants que nous avons partagé et partagerons encore.

Michel Humbert a d'abord été mon directeur de thèse. Nous avons ensuite co-dirigé la majorité des travaux de thèse que j'ai co-encadrés au début de ma carrière au CNRS. Je tiens sincèrement à vous remercier pour le rôle majeur que vous avez tenu tout au long de ma carrière scientifique.

Enfin, il me reste à remercier Lionel Germain, qui a été mon premier doctorant avant de devenir quelques années plus tard un collègue au LEM3. Nous avons au cours des années développé un lien professionnel particulier qui nous permet de travailler en totale confiance et en profitant de notre complémentarité. Je crois que c'est assez rare. Je te dis merci Lionel, pour notre travail collaboratif et pour nos nombreux échanges tant sur un plan professionnel que plus personnel.

Plus largement la recherche c'est avant tout un travail d'équipe, le fruit de nombreux échanges, collaborations et discussions scientifiques. Je tiens à remercier tous ceux qui ont participé à cette dynamique avec moi et qui ont contribué à l'avancement des travaux que je présente, collègues du LEM3, partenaires industriels, partenaires académiques français et internationaux. Un merci particulier à Julien Guyon pour les projets de recherche en microscopie qu'on a conduit ensemble, en particulier autour de l'Auriga. Merci aussi à Stéphane Berbenni et à Thiebaud Richeton ; cela est une réelle plus-value de confronter nos résultats expérimentaux à votre expertise en modélisation micromécanique.

Enfin, les résultats que je présente sont surtout le fruit du travail :

- *de doctorants : Lionel, Bertrand, David, Elena, Pierre, Elodie, Meriem, Mariem, Rita et Tomas (qui nous subit encore) et,*
- *de post-doctorants : Taylan, Safaa, Julien, Ravi et actuellement Maddie et Simon.*

Je suis heureuse de constater qu'ils sont nombreux à poursuivre leur carrière dans le domaine de la recherche industrielle ou académique. Ce fut pour moi un réel plaisir de partager un bout de chemin avec vous.

Pour finir, je me tourne vers ma famille afin de vous remercier pour votre soutien sans faille dans les moments de doute et pour votre compréhension lors de ces soirées et week-ends passés à avancer des dossiers divers et variés. Merci à Gérard mon mari pour son amour, sa patience et ses encouragements ; Jana ma fille pour notre complicité ; mes parents pour être toujours là. Enfin, je termine par un petit message à mon compagnon à quatre pattes qui a largement agrémenté mes journées de télétravail lors de la rédaction de ce document.

Un petit guide de lecture...

Bonjour à tous,

Ceux qui me connaissent personnellement savent que rédiger mon HDR m'aura pas fait partie de mes priorités. Pourtant plusieurs sections qui constituent ce manuscrit ont été rédigées il y a plus de 10 ans. Et puis, de nouveaux projets se sont enchainés et ont demandé plus d'investissement que prévu. Finalement, avec le temps qui passe, on se demande si cela a encore du sens. Passer son HDR, c'est certes l'occasion de faire une synthèse de ses travaux de recherche, de prendre du recul pour définir de nouvelles orientations et aussi affirmer son autonomie dans la programmation de ses travaux de recherche. Cela a tout son sens après quelques années de carrière, mais je dois reconnaître qu'après avoir assurée avec succès une quinzaine de co-encadrements de thèses et de projets post-doctoraux, ce ne sont pas ces considérations qui ont motivé ma démarche.

Cependant, dans le système franco-français, l'HDR reste une étape obligatoire dans la carrière du chercheur. Elle officialise administrativement votre autonomie à conduire une activité de recherche et conditionne toute évolution de carrière. Aujourd'hui je dirais même qu'elle est devenue nécessaire pour simplement avoir le droit de poursuivre ses missions de chercheur.

Et puis il y a eu cette crise sanitaire qui a bouleversé notre quotidien, et qui nous a parfois durement affecté, nous et nos proches. Professionnellement, cette pandémie et les trois confinements successifs ont profondément modifié notre manière de travailler et nos interactions sociales dans le cadre professionnel. Ce fut l'occasion pour moi de me poser et de prendre le temps d'actualiser et de finaliser ce document.

L'essentiel de mes travaux de recherche porte sur l'analyse des microstructures en tant qu'héritage d'une histoire thermo/mécanique impliquant souvent une transformation de phase. Dans ce contexte, j'ai été amenée à exploiter les potentialités de données d'orientations individuelles obtenues par la technique EBSD. C'est une technique dont j'ai suivi les développements depuis mes débuts en thèse et qui encore aujourd'hui est en constante évolution. Aussi, j'ai souhaité axer mon mémoire sur l'apport de cette nouvelle microscopie qu'on appelle « Microscopie d'Orientation ».

Après un bref rappel des principes de la technique EBSD, le premier chapitre donne quelques exemples d'applications tirés de mes travaux de recherche. Nous abordons en particulier l'analyse des hétérogénéités de microtexture dans les alliages de Titane, leur genèse et leur impact sur les propriétés en fatigue. Puis ce premier chapitre détaille certains progrès récents de la technique que j'ai eu l'occasion d'exploiter dans mes travaux. Cela concerne en particulier les évolutions des détecteurs et les nouvelles stratégies d'exploitation du signal de type 'pattern matching'. Nous montrons que l'amélioration de la résolution angulaire des données d'orientations a largement profité à certaines études que j'ai pilotées, d'une part à l'analyse quantitative de la microstructure de l'oxyde d'uranium déformé par fluage et d'autre part à l'analyse des hétérogénéités de déformation d'un composite à matrice ferritique renforcée par des particules de TiB₂.

Le deuxième chapitre couvre le travail continu que nous avons mené, Michel Humbert, Lionel Germain et moi-même sur les méthodes de reconstruction des textures et des microtextures de phases parentes à partir de données acquises à température ambiante sur les produits de transformation hérités avec relation d'orientation. On distingue deux approches : globale à partir de la texture macroscopique et locale à partir de la cartographie EBSD. Différents exemples d'applications sont proposés pour illustrer les deux approches, dans le cas des alliages de Titane, Zirconium et dans les aciers.

Enfin le dernier chapitre se focalise sur les approches innovantes en microscopie d'orientation. Ces nouvelles approches élargissent le champ d'application des cartes d'orientations, en améliorant leur résolution spatiale (c'est le cas pour la TKD : Transmission Kikuchi Diffraction) ou leur résolution angulaire (c'est le cas pour la HR EBSD : la Haute résolution angulaire en EBSD) ou encore étendent l'EBSD vers des analyses tridimensionnelles. Parmi ces approches, je détaille en particulier celles que j'ai contribué à développer : l'EBSD - 3D pour une analyse tri-dimensionnelle de la microstructure et l'Imagerie Haute Résolution en Contraste de Canalisation des Electrons (ECCI).

Chaque chapitre propose sa propre introduction et conclusion et ouvre vers de nouvelles perspectives de recherche que je souhaite mettre en œuvre.

Enfin deux annexes complètent ce document pour détailler d'une part l'ensemble de mes implications dans la vie d'un laboratoire de recherche et d'autre part l'ensemble de ma production scientifique (l'annexe 1 contenant des détails personnels ne sera pas disponible en ligne).

Il ne me reste plus qu'à vous souhaiter une bonne lecture immersive dans le monde de la microscopie des orientations cristallographiques.

Table des Matières

Chapitre I

INTRODUCTION	1-1
I.1 Introduction à la technique EBSD et apport dans l'étude des transformations de phases	1-3
I.1.1 Notion d'orientation cristallographique	1-3
I.1.2 Diffraction des électrons rétrodiffusés	1-3
I.1.3 Acquisition et exploitation des données	1-4
I.1.4 Apport dans l'étude des transformations de phases	1-5
I.2 Ex. d'application 1 : analyse de la sélection de variants α_{GB} au niveau des joints de grains β dans l'alliage de titane ti17	1-5
I.2.1 Quelques rappels cristallographiques concernant la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$	1-6
I.2.2 Critère de sélection et Méthodologie d'analyse des données	1-7
I.3.3 Principaux Résultats	1-9
I.3 Exemple d'application 2 : étude des hétérogénéités de texture dans des pièces industrielles en alliage de titane	1-10
I.3.1 L'EBSD un outil de choix pour l'étude des macrozones dans les alliages de titane	1-12
I.3.2 Nature et origine des macrozones en fonction de l'alliage et de la microstructure	1-13
I.4 L'EBSD appliquée à l'étude des facies de rupture – influence des macrozones sur les propriétés en fatigue	1-18
I.4.1 Méthodologie d'analyse	1-18
I.4.2 Analyse fractographique couplée à l'analyse EBSD	1-18
I.4.3 Environnement cristallographique du site d'amorçage de fissures	1-20
I.5 Quelques évolutions et progrès récents de la technique EBSD	1-22
I.5.1 Résolution angulaire avec une indexation basée sur une transformée de Hough	1-23
I.5.2 Application à l'étude de l'Oxide d'Uranium déformé par fluage	1-25
I.5.3 Application à l'étude des premiers stades de la déformation d'un composite à matrice ferrite renforcée par des particules TiB2	1-28
I.5.4 Apport de nouvelles stratégies d'analyse des clichés EBSD	1-30
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	1-35
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	1-37

Chapitre II

INTRODUCTION	2-1
II.1 Méthode globale pour la restitution des textures parentes à partir des textures héritées	2-3
II.1.1 Principe de la méthode	2-3
II.1.2 Validation et exemples d'application	2-5
Cas 1: Transformation dans les alliages de Titane	2-5
Cas 2: Transformation dans le Zircaloy 4	2-7
II.2 Méthodologie pour la restitution des microtextures parentes à partir des microtextures héritées	2-9
II.2.1 Principe de la détermination de l'orientation d'un grain parent	2-11
II.2.2 Approche locale de restitution de la microtexture parente	2-15
II.2.2.1 Les trois étapes principales de la reconstruction dans MERENGUE	2-15
II.2.2.2 La spécificité des transformations de phases dans les aciers	2-19
II.2.2.3 Récents développements pour améliorer la reconstruction	2-21
II.3 Application à l'étude de la transformation bainitique lors de traitements isothermes prolongés : phénomène de granularisation	2-26
II.3.1 Contexte de l'étude :	2-26
II.3.2 Caractérisation des produits de transformation par EBSD	2-26
II.3.3 Principaux résultats : évolution des microstructures lors d'un maintien prolongé	2-29
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	2-30
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	2-32

Chapitre III

INTRODUCTION	3-1
III. 1 La microscopie à double faisceaux pour la nanotomographie	3-3
III.1.1 L'imagerie 3D par FIB	3-3
Principe et configuration mise en place au LEM3	3-3
Exemple d'application 1 : Précipitation α aux joints β/β dans l'alliage de titane Ti-17	3-5
Exemple d'application 2 : Microstructure sous un site d'amorçage de fissure en fatigue alliage de Titane Ti-10-2-3	3-6
III.1.2 Développement de l'EBSD 3D en condition statique	3-8
L'EBSD 3D : le principe et un petit historique	3-8
Notre configuration : EBSD 3D statique	3-9
Exemple d'application : validation de la qualité de la reconstruction	3-12
III.1.3 Bilan de notre expertise et évolution récente	3-15
Bilan de notre expertise	3-15
L'évolution récente de notre dispositif	3-15
Exemple d'application : Caractérisation 3D de la microstructure d'un composite à matrice ferritique avec des renforts TiB ₂	3-16 3-17
III.2 Acquisition de clichés SACP sur colonne électronique dernière génération pour l'imagerie en contraste de canalisation (ECCI)	3-19
III.2.1 Ce qui a motivé notre développement	3-19
III.2.2 Principe du mode 'Rocking Beam' développé sur colonne GEMINI	3-20
III.2.3 Caractéristiques des clichés HR-SACP	3-22
Ouverture angulaire	3-22
Résolution spatiale	3-23
III.2.4 Application à l'acquisition d'images A-ECCI pour l'analyse de sous-joints de faible désorientation dans l'oxyde d'uranium	3-24 3-24
Mise en œuvre de l'imagerie ECCI	3-24
Visualisation d'arrangements de dislocations en joints de très faible désorientation	3-25
Identification de dislocations à partir de critères d'invisibilité	3-27
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	3-29
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	3-31

Annexe 1

<i>Diplômes et Parcours professionnels</i>	<i>A1-2</i>
<i>Bilan de la production scientifique et de l'activité de recherche</i>	<i>A1-2</i>
<i>Activité d'encadrement</i>	<i>A1-3</i>
<i>Relation Industrielle et Valorisation</i>	<i>A1-7</i>
<i>Animation et Management de la Recherche</i>	<i>A1-8</i>

Annexe 2

<i>Production Scientifique Dans Des Revues A Comité De Lecture</i>	<i>A2-3</i>
<i>Production Scientifique Dans Des Actes De Colloques</i>	<i>A2-11</i>
<i>Conférences Invitées</i>	<i>A2-16</i>
<i>Communication Orale Ou Poster</i>	<i>A2-17</i>

Table des matières

INTRODUCTION -----	1-1
I.1 INTRODUCTION A LA TECHNIQUE EBSD ET APPORT DANS L'ETUDE DES TRANSFORMATIONS DE PHASES -----	1-3
I.1.1 Notion d'orientation cristallographique -----	1-3
I.1.2 Diffraction des électrons rétrodiffusés -----	1-3
I.1.3 Acquisition et exploitation des données -----	1-4
I.1.4 Apport dans l'étude des transformations de phases :-----	1-5
I.2 EX. D'APPLICATION 1 : ANALYSE DE LA SELECTION DE VARIANTS A_{GB} AU NIVEAU DES JOINTS DE GRAINS B DANS L'ALLIAGE DE TITANE Ti17 -----	1-5
I.2.1 Quelques rappels cristallographiques concernant la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ -----	1-6
I.2.2 Critère de sélection et Méthodologie d'analyse des données : -----	1-7
I.3.3 Principaux Résultats-----	1-9
I.3 EXEMPLE D'APPLICATION 2 : ETUDE DES HETEROGENEITES DE TEXTURE DANS DES PIECES INDUSTRIELLES EN ALLIAGE DE TITANE -----	1-10
I.3.1 L'EBSD un outil de choix pour l'étude des macrozones dans les alliages de titane -----	1-12
I.3.2 Nature et origine des macrozones en fonction de l'alliage et de la microstructure -----	1-13
I.4 L'EBSD APPLIQUEE A L'ETUDE DES FACIES DE RUPTURE – INFLUENCE DES MACROZONES SUR LES PROPRIETES EN FATIGUE -----	1-18
I.4.1 Méthodologie d'analyse -----	1-18
I.4.2 Analyse fractographique couplée à l'analyse EBSD-----	1-18
I.4.3 Environnement cristallographique du site d'amorçage de fissures-----	1-20
I.5 QUELQUES EVOLUTIONS ET PROGRES RECENTS DE LA TECHNIQUE EBSD -----	1-22
I.5.1 Résolution angulaire avec une indexation basée sur une transformée de Hough-----	1-23
I.5.2 Application à l'étude de l'Oxide d'Uranium déformé par fluage -----	1-25
I.5.3 Application à l'étude des premiers stades de la déformation d'un composite ----- à matrice ferrite renforcée par des particules TiB2 -----	1-28
I.5.4 Apport de nouvelles stratégies d'analyse des clichés EBSD-----	1-30
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES -----	1-35
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES -----	1-37

Chapitre I

La technique EBSD au travers de différents exemples d'applications Evolution et développements récents

Introduction

L'EBSD a connu ses débuts avec les travaux de J. A. Venables qui enregistre les premiers signaux de diffraction des électrons rétrodiffusés dans un MEB dans les années 70 [1]. Suivent ensuite les travaux de Dingley pour l'acquisition en ligne des clichés sur une caméra [2] [3] [4]. L'approche n'a cessé d'évoluer pour aboutir à des dispositifs commerciaux dans les années 90. L'automatisation des systèmes commerciaux [5] [6] a largement contribué à la démocratisation de l'EBSD et en a progressivement fait un outil incontournable en analyse des microstructures. Encore aujourd'hui, l'EBSD est en constante évolution pour aller vers des systèmes de plus en plus fiables, de plus en plus rapides et avec l'émergence de nouvelles approches de traitement du signal de diffraction pour offrir de nouvelles perspectives en caractérisation des matériaux.

Pour mener à bien mes travaux de recherche sur l'analyse des microstructures en tant qu'héritage d'une histoire thermo/mécanique impliquant souvent une transformation de phase, j'ai été amenée à exploiter les potentialités de données d'orientations individuelles obtenues par la technique EBSD. J'ai également assuré le suivi scientifique de cette technique au sein du laboratoire (l'achat du matériel, son évolution et la formation du personnel). Par ailleurs, j'ai mis en place un stage annuel de formation à la 'Pratique de l'EBSD', stage proposé par le [CNAM Entreprises](https://www.cnam-entreprises.fr)¹ et un module scientifique au sein de l'école doctorale C2MP (Chimie-Mécanique-Matériaux-Physique).

Dans ce contexte, ce chapitre a pour objectifs (1) d'introduire la technique EBSD en rappelant les principales notions utiles à la compréhension du document, (2) de présenter quelques exemples d'applications en particulier à l'étude de microstructures héritées par transformation de phases tirés de mes nombreux travaux de recherche sur les alliages de titane et (3) d'élargir vers certains progrès récents de la technique, que j'ai eu l'occasion de mettre en œuvre. En plus de présenter quelques résultats de mes travaux de recherche en pointant l'apport de l'EBSD, ce premier chapitre a vocation à traduire le rôle majeur de la technique EBSD dans les travaux que j'ai conduits et mon implication pour suivre ses évolutions, les rendre disponibles au sein du laboratoire et contribuer à la formation de la communauté scientifique.

¹<https://www.cnam-entreprises.fr/domaines-de-formation/industrie/pratique-de-l-analyse-ebsd-897031.kjsp>

1.1 Introduction à la technique EBSD et apport dans l'étude des transformations de phases

La technique EBSD pour 'Electron BackScattered Diffraction' permet de déterminer l'orientation cristallographique des grains dans un échantillon par indexation des diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés dans un Microscopie Electronique à Balayage (connaissant la structure cristallographique des phases en présence dans l'échantillon) [7] [8].

1.1.1 Notion d'orientation cristallographique

L'orientation d'un cristal est définie par la rotation qui permet d'amener en coïncidence le repère macroscopique associé à l'échantillon (K_A) avec le repère K_{B_i} lié au cristal, sans aucun mouvement de translation (Figure 1-1a). L'exploitation des données EBSD s'intéresse beaucoup à la désorientation entre deux cristaux. Elle est définie par la rotation qui ramène, sans aucun mouvement de translation, le repère du premier cristal (K_{B_1} dans la Figure 1-1b) en coïncidence avec le repère du deuxième cristal (K_{B_2}). La notation souvent utilisée pour cette rotation est la notation Angle-Axe ($\omega-\vec{r}$) comme illustré dans le schéma de la Figure 1-1b. Compte tenu de la symétrie cristalline, il existe un ensemble de couples Angle-Axe qui décrit la même désorientation ; on choisit par convention le couple ayant l'angle minimal de rotation.

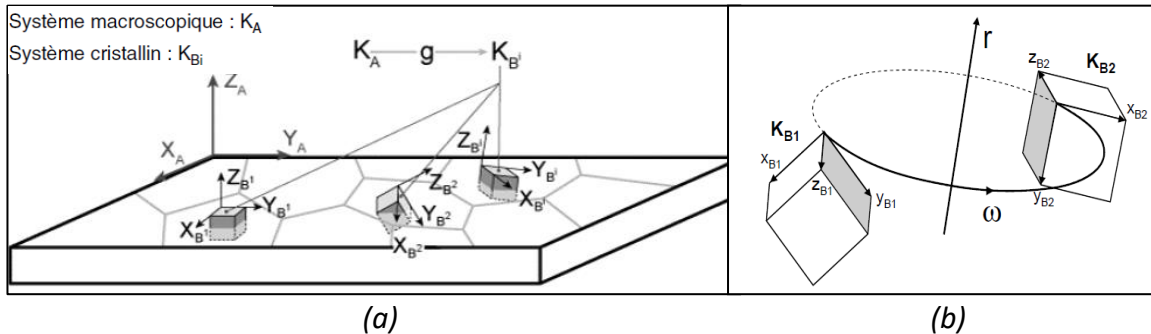


Figure 1-1 : (a) Notion d'orientation cristallographique et les repères K_A et K_{B_i} associés, (b) Notion de désorientation

1.1.2 Diffraction des électrons rétrodiffusés

Le signal de diffraction des électrons rétrodiffusés est généré comme suit. Le faisceau d'électrons primaire généré par la colonne MEB est focalisé sur un grain (Figure 1-2). Sous l'effet d'interactions élastiques et inélastiques avec les atomes du grain cible, certains électrons incidents sont diffusés de façon quasi-élastique et forment une source ponctuelle et divergente d'électrons. Les électrons ainsi rétrodiffusés peuvent subir la diffraction de Bragg avec les plans réflecteurs environnants avant de sortir de la cible.

Pour une famille donnée de plans réflecteurs (hkl), les électrons diffractent selon deux cônes de diffraction symétriques par rapport au plan (hkl). L'intersection de ces deux cônes avec l'écran de phosphore de la caméra EBSD produit des hyperboles assimilables à deux droites parallèles formant une bande de Kikuchi. L'ensemble des plans diffractant génère ainsi le

diagramme de diffraction (ou diagramme de Kikuchi) constitué de plusieurs bandes. Le faisceau primaire doit être en faible incidence avec la surface de l'échantillon (environ 20° - ce qui correspond à un échantillon incliné de 70° dans le MEB) pour produire en surface des électrons rétrodiffusés d'énergie proche des électrons primaires et augmenter le rendement de diffraction. Par ailleurs, la surface de l'échantillon doit être polie sans écrouissage de surface induit par la préparation.

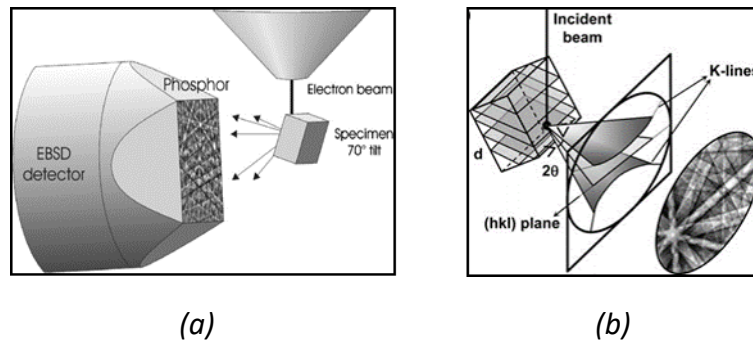


Figure 1-2 : (a) Configuration de l'échantillon incliné de 70° et position de la caméra EBSD collectant le signal diffracté sous forme de cônes dont l'intersection avec l'écran donne les lignes de Kikuchi (b)

Le signal de diffraction est ensuite enregistré à l'aide d'une caméra EBSD munie d'un écran phosphorescent qui prend, en temps réel, une image de ces diagrammes. Le dispositif est complété par un logiciel de détection et d'indexation automatique des bandes de Kikuchi pour déterminer l'orientation cristallographique correspondante.

1.1.3 Acquisition et exploitation des données

L'acquisition et l'exploitation des données EBSD en mode 'cartographie' est la plus courante. Le faisceau d'électrons balaye la zone de l'échantillon à analyser en suivant une grille prédéfinie. À chaque position de la grille, le système effectue l'acquisition du diagramme, l'indexe et stocke les données suivantes :

- Les coordonnées du point
- La nature de la phase détectée
- L'orientation calculée dans le repère lié à l'échantillon
- L'indice de qualité (noté ici IQ) du diagramme de Kikuchi. Cet indice traduit le contraste des bandes de diffraction détectées par rapport au bruit de fond.

De façon standard, les données sont représentées sous forme de différentes cartographies d'orientation et de désorientation. Par ailleurs la cartographie de l'indice de qualité (IQ) est un moyen efficace pour révéler la microstructure.

Aujourd'hui différents systèmes d'acquisition et d'exploitation des données sont commercialisés. Pour l'exploitation avancée des données, la communauté scientifique partage ses développements sous forme de logiciels avec parfois des accès 'open source'. On peut citer **ATEX**[®] : Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, logiciel développé au sein de notre laboratoire par Benoit Beausir et Jean-Jacques Fundenberger (<http://www.atex-software.eu/>). Il y a également **MTEX** (<https://mtex-toolbox.github.io/>) développé sous Matlab qui mutualise les contributions de toute une communauté.

I.1.4 Apport dans l'étude des transformations de phases :

La technique EBSD est devenue un outil incontournable pour l'étude des transformations de phases et des microstructures héritées [9] [10]. Elle permet l'identification des phases en présence, la visualisation de leur morphologie et leur distribution spatiale. En couplant les données EBSD avec une analyse chimique par Spectroscopie à Dispersion d'Énergie, il est possible de discriminer des phases de structures cristallographiques proches mais de compositions chimiques différentes [11] [12] [13] [14].

L'EBSO offre surtout la possibilité de déterminer des relations d'orientations entre phases [15], l'analyse de la sélection des variants cristallographiques [16]–[18] [19] [20] [21] et leur distribution spatiale [22] [23].

Par ailleurs, les approches qui visent à étendre l'analyse de données EBSD 2D à l'extrapolation de données 3D offre également de nombreuses applications à l'étude des transformations de phases, en particulier pour l'évaluation des plans particuliers (plan d'habitat [24], [25], plan intervariant [26], plan de joint de grains [27]).

Dans le domaine des transformations de phases aussi, les études profitent du potentiel de l'EBSO à offrir des analyses multi-échelles par acquisition de cartes EBSD très locales avec une résolution spatiale et angulaire élevée et des analyses sur des champs plus larges pour obtenir des données plus statistiques.

L'ensemble de ces études impliquent que les différentes phases en jeu co-existent dans la carte EBSD, ce qui n'est pas toujours le cas. L'alternative est alors d'accéder à des informations de la carte parente à partir de la carte EBSD du produit de transformation. Cet aspect sera développé dans le chapitre II qui aborde la problématique de la reconstruction de la phase parente lorsque la transformation est totale.

I.2 Ex. d'application 1 : Analyse de la sélection de variants α_{GB} au niveau des joints de grains β dans l'alliage de titane Ti17

La technique EBSD est particulièrement adaptée à l'étude des transformations de phase et en particulier à l'analyse des mécanismes de sélection de variants. Nombre de mes travaux de recherche ont été conduits dans cet esprit [18] [17]. Idéalement, cela nécessite de travailler sur des états métallurgiques biphasés ou de reconstruire cristallographiquement la phase parente (voir méthodologie détaillée au chapitre II). Ici nous présentons un exemple d'étude réalisée en collaboration avec l'Institut Jean Lamour – Nancy sur un alliage de Titane β -métastable Ti17 (Ti-5Al-4Mo-4Cr-2Sn-2Zr). Notre objectif était de mieux comprendre la genèse des microtextures héritées par la transformation $\beta \rightarrow \alpha$, en couplant des analyses cristallographiques post mortem à des suivis de cinétique de transformation. L'étude a été initiée dans le cadre de la thèse de Mathieu Salib [28] qui s'est focalisée sur la précipitation sélective de liserés α_{GB} aux joints de grains β en fonction de la nature du joint et son impact sur l'émission des double-colonies α_{WGB} de type widmanstätten (ces dernières étant connues comme des sites d'amorçage de fissures en fatigue dans les alliages de titane - aspect détaillé dans la partie suivante) [29].

Une étude complémentaire a été réalisée dans le cadre du post-doctorat de Tao Liu [2015-217] pour se focaliser sur la précipitation sélective α_{GB} aux premiers instants de la transformation de phase et établir des critères de sélection de variants plus prédictifs (l'expérience ayant montré qu'avec l'avancement de la transformation, la sélection de variants semble de moins en moins marquée, du moins les critères de sélection sont de moins en moins prédictifs). Un échantillon a donc été traité à 920°C pendant 30min suivi d'un traitement à 800°C (Transus β -880°C) pendant 200s pour obtenir un taux de transformation de 16% localisé aux joints de grains β (Figure 1-3).

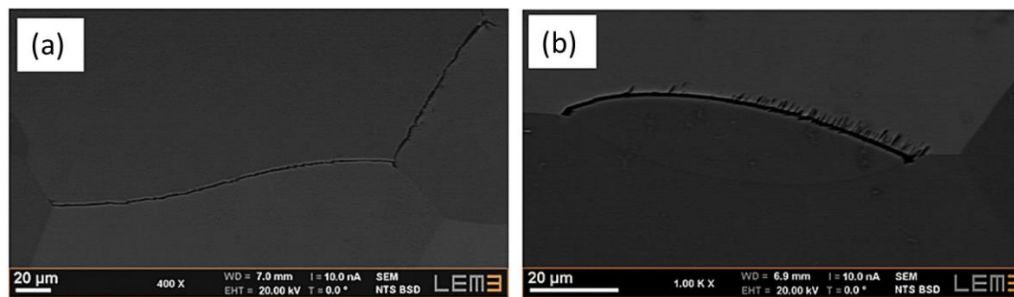


Figure 1-3 : Joints de grains β/β entièrement décorés par (a) un liseré α_{GB} dès les premiers stades de la transformation et (b) émission très précoce d'une colonie α_{WGB}

1.2.1 Quelques rappels cristallographiques concernant la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$

La transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ respecte la relation d'orientation de Burgers - noté BOR- ($\{110\}_\beta // \{00.1\}_\alpha$ et $\langle 1-11 \rangle_\beta // \langle 11.0 \rangle_\alpha$). Par conséquent, un grain β peut théoriquement former 12 orientations cristallographiques α appelées variants, listés dans le Tableau 1-1. Le plan d'habitat - PH- est une autre caractéristique importante de la transformation de phase. Dans les alliages de titane, plusieurs études expérimentales et théoriques rapportent un plan d'habitat de type $\{334\}_\beta$ (voir Tableau 1-1) [30] [31] [32].

Lors d'un refroidissement continu depuis le domaine β , la transformation démarre préférentiellement au niveau des joints de grains β (sous forme de liserés α_{GB}) puis se poursuit par émission de colonies de type widmanstätten (α_{WGB}) et peut se terminer par la formation d'une précipitation intragranulaire.

Du fait des propriétés de la relation de Burgers, deux grains β présentant l'une des 4 désorientations spécifiques listées dans le Tableau 1-2 partagent de 1 à 3 variants. On note que le joint spécifique de type I correspond à un joint de faible désorientation -LAGB- alors que les autres joints spécifiques (type II, III, IV) sont des joints de forte désorientation -HAGB.

No. of variant	OR	Habit Plane
α_1^{th}	(110)[$\bar{1}\bar{1}$ 1]	($\bar{3}\bar{3}$ 4)
α_2^{th}	(110)[$\bar{1}$ 11]	($\bar{3}$ 34)
α_3^{th}	($\bar{1}\bar{0}$)[111]	(334)
α_4^{th}	($\bar{1}\bar{0}$)[$\bar{1}\bar{1}$]	(334)
α_5^{th}	(10 $\bar{1}$)[111]	(343)
α_6^{th}	(10 $\bar{1}$)[$\bar{1}\bar{1}$]	(343)
α_7^{th}	(101)[$\bar{1}$ 11]	(34 $\bar{3}$)
α_8^{th}	(101)[$\bar{1}\bar{1}$]	(34 $\bar{3}$)
α_9^{th}	(011)[$\bar{1}\bar{1}$]	(4 $\bar{3}$ 3)
α_{10}^{th}	(011)[$\bar{1}$ 11]	(433)
α_{11}^{th}	(0 $\bar{1}\bar{1}$)[$\bar{1}$ 11]	(433)
α_{12}^{th}	(0 $\bar{1}\bar{1}$)[111]	(4 $\bar{3}$ 3)

Tableau 1-1 : Les 12 relations d'orientations dans la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ définissant les variants théoriques α_i et les plans d'habitats (PH) de type $\{334\}_\beta$ associés

Type de joints β/β Spéciaux	Désorientation	Nombre de variants Communs
I	$10.5^\circ \langle 110 \rangle$ (LAGB)	1
II	$49.5^\circ \langle 110 \rangle$ (HAGB)	1
III	$60^\circ \langle 110 \rangle$ (HAGB)	2
IV	$60^\circ \langle 111 \rangle$ (HAGB)	3

Tableau 1-2 : Les 4 types de désorientation spécifique β/β permettant la mise en commun stricte d'au moins un variant

1.2.2 Critère de sélection et Méthodologie d'analyse des données :

Différents critères de sélection de variants ont été proposés pour prédire la sélection de variants au niveau du joint de grains [33] [34] [29]. Cependant aucun critère ne s'avère prédictif à 100%, en particulier sur des états métallurgiques avec un fort taux de transformation. Parmi ces critères, nous en avons retenu deux à appliquer à nos données EBSD :

Critère 1 : 'double-BOR' noté « 2-BOR » : Le variant α_{GB} préférentiellement sélectionné au niveau du joint de grain β/β est le variant commun aux deux grains. En autorisant une certaine déviation angulaire à BOR, on considère que le variant sélectionné est celui qui minimise l'écart à BOR avec les deux grains (Figure 1-4).

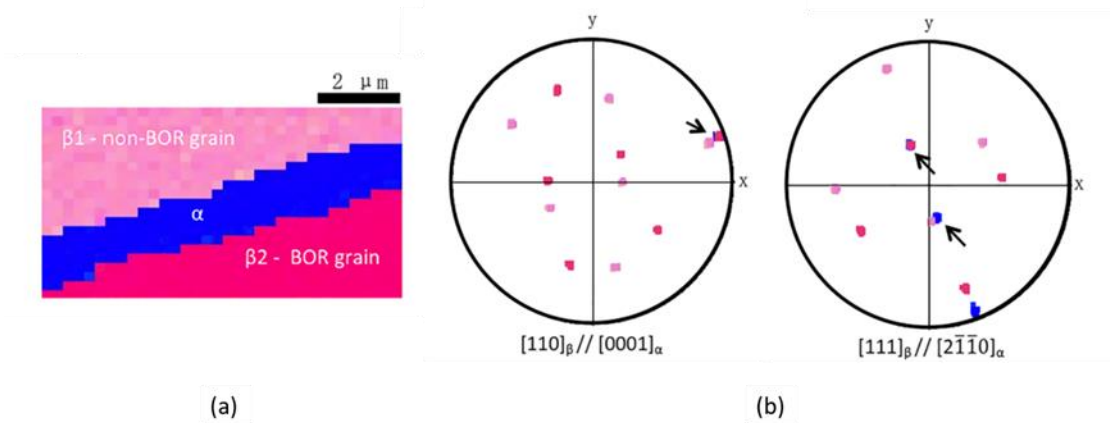


Figure 1-4 : Exemple de joint de grains β/β transformé selon le critère de 2-BOR (avec une déviation de $5,9^\circ$) :
(a) Carte EBSD montrant les grains β_1 et β_2 (grain en BOR strict) et le liseré α_{GB} ; (b) Superposition des pôles α/β impliqués dans BOR (les flèches indiquent les 3 pôles qui sont en coïncidence)

Critère 2 : 'PH versus GBP' : Le variant α_{GB} préférentiellement sélectionné est celui dont le plan d'habitat est le plus proche du plan de joints de grains (Figure 1-5).

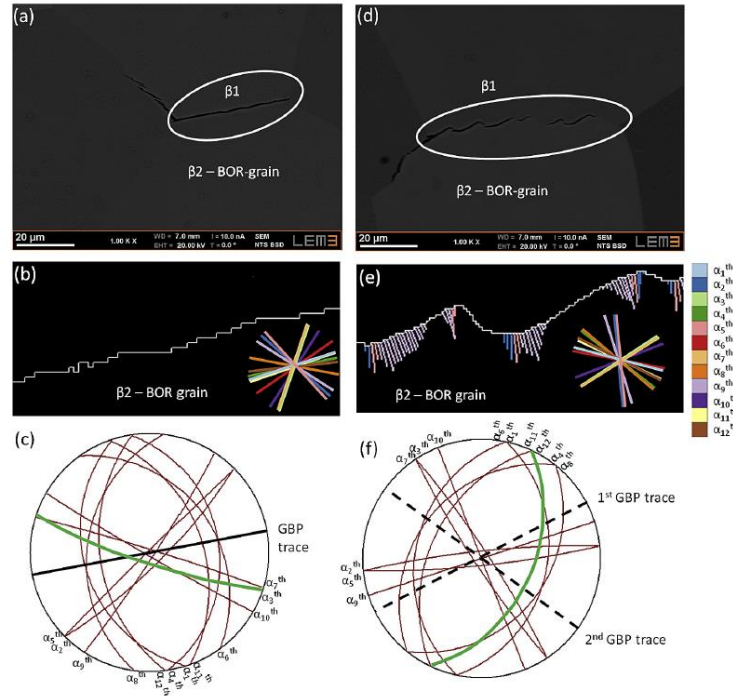


Figure 1-5 : Exemple de joints de grains β/β transformés (a) planaire et (d) en zig-zag, les images électroniques montrent l'interface $\beta/\alpha/\beta$ et le grain en BOR strict, (b,e) les variants prédits par le PH-critère le long du GB (les variants sont repérés par la normale du PH) et (c,f) la trace des 12 PHs projetés dans le plan d'observation (le variant observé est coloré en vert)

L'analyse des cartes EBSD a été automatisée pour :

- (1) quantifier la fraction de joints de grains β/β présentant des désorientations spécifiques (donc capable de satisfaire le '2-BOR' critère en considérant une certaine déviation angulaire θ_{2_BOR}) et quantifier la fraction de joints de grains avec une transformation effective $\beta \rightarrow \alpha_{GB}$ selon ce critère.
- (2) analyser le rôle éventuel du plan de joint de grains vis à vis du plan d'habitat du variant sélectionné, en détectant automatiquement la trace des plans de joints [35] et en la comparant à la trace des plans d'habitat des variants sélectionnés (lorsque la trace du plan de joint ne correspond pas à la trace du plan d'habitat du variant sélectionné, l'analyse permet d'exclure le rôle du plan d'habitat dans la sélection de variants).

L'analyse automatique des cartes EBSD a été développée par Lionel Germain et intégrée dans le logiciel DECRYPT (Direct Evaluation of CRYstallographic Phase Transformation). Comme son nom l'indique, ce logiciel est dédié à analyser les données d'orientations héritées par transformation de phase (avec respect de la relation d'orientation).

1.3.3 Principaux Résultats

L'analyse des données de cartes EBSD réalisées sur plus de 1000 joints de grains β/β a permis d'obtenir 3 résultats majeurs :

- (1) Les joints β/β de fortes désorientations (de fortes énergies) – HAGB – transforment préférentiellement en début de transformation. Certains sont souvent totalement décorés après un maintien de 200s à 800°C par un liseré α_{GB} avec déjà localement l'émission de colonies α_{wGB} . Parmi ces joints, les joints de type II et III ont les taux de transformations les plus élevés. Par contre, les joints de type IV présentent un taux de transformation semblable à l'ensemble des HAGBs (Figure 1-6).

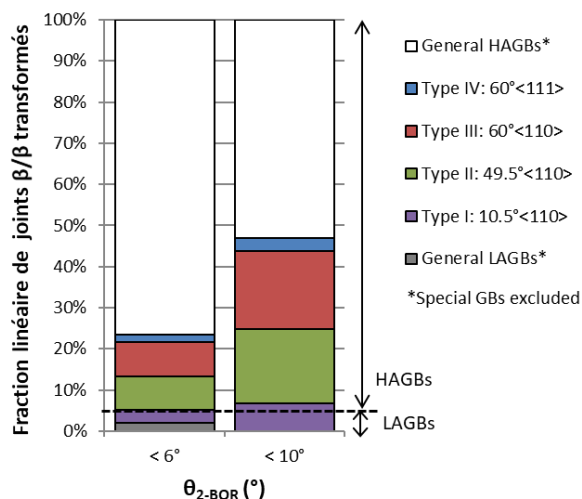


Figure 1-6 : Classification des joints de grains transformés par type de joints (général VS spécial).
100% représente les 16,2% de la fraction de joints décorés par un précipité α_{GB} .

- (2) Le '2-BOR' critère de sélection de variants est respecté à 100% pour les joints spécifiques avec une déviation angulaire $\theta_{2_BOR} \leq 10^\circ$. Le respect du critère décroît progressivement pour des joints correspondant à des déviations angulaires plus importantes pour atteindre un plateau au-delà de $\theta_{2_BOR} = 16^\circ$ où le variant α_{GB} est sélectionné aléatoirement parmi les 12 candidats possibles.
- (3) Dans la majorité des cas analysés, la proximité du plan d'habitat du variant avec le plan de joint de grains n'est pas un critère de sélection du variant α_{GB} .

L'analyse des données EBSD a donc permis de hiérarchiser les joints β/β en fonction de leur aptitude à transformer préférentiellement et à former un variant α_{GB} commun aux deux grains, précurseurs de la formation de doubles colonies. Ainsi les joints β/β de type II et III ont été identifiés comme les plus critiques : d'une part, ils se transforment avec un avantage cinétique et vont très rapidement émettre de larges colonies, d'autre part le variant α_{GB} est toujours celui commun aux deux grains pour conduire à l'émission de doubles colonies. Ces données sont essentielles pour évaluer la criticité d'une microtexture β à développer des doubles colonies et plus largement mieux prendre en compte la texture et la microtexture β issues des étapes de forgeage à chaud pour l'optimisation du procédé de mise en forme [36].

I.3 Exemple d'application 2 : Etude des hétérogénéités de texture dans des pièces industrielles en alliage de titane

Une partie importante de mes travaux de recherche qui exploitent l'EBS, porte sur l'étude d'hétérogénéités de texture dans les pièces industrielles en titane. Ces études ont d'abord été initiées sur des alliages de titane quasi- α et α/β présentant différentes microstructures. Ainsi en 2003, nous avons démarré avec l'alliage quasi- α IMI834 de microstructure bimodale dans le cadre de la thèse de Lionel Germain [37] puis de la thèse d'Elena Uta [38]. Il s'agissait d'un projet de collaboration scientifique et technique CNRC-CNRS, en partenariat avec le Centre des Technologies de Fabrication en Aérospatiale (CTFA - CNRC) et l'Ecole Technologique Supérieure de Montréal (Canada). La collaboration a ensuite été élargie à l'Institut des Matériaux Industriels – National Research Council (Institut spécialisé dans le contrôle non destructif).

En 2009, de nouveaux travaux ont été engagés en collaboration avec la société SNECMA (stages master : Youssef Samih, Lyubov Nikolova). Ces travaux portaient sur l'alliage quasi α 6242 de microstructure β -transformée [39]. Enfin en 2011, une collaboration avec le CIRIMAT et Airbus (stage master de Nawal Fadili dans le cadre de la thèse de Christophe Buriette/CIRIMAT) a permis de mieux comprendre le rôle de la microstructure, de la texture macroscopique et de la microtexture sur l'amorçage et la propagation des fissures pour différents états métallurgiques de pièces en TA6V (alliage α/β) [40].

Depuis 2015, mes travaux se sont orientés vers les alliages de titane β -métastable comme le Ti-10V-2Fe-3Al qui se substituent progressivement aux alliages α/β dans les applications aéronautiques du fait de leur résistance spécifique améliorée. Leur microstructure d'emploi contient souvent jusqu'à 40% de phase β dont le comportement anisotrope élastique et plastique doit encore être mieux compris. Ces nouvelles études ont été réalisées lors du stage Master suivi de la thèse CIFFRE de Maria Rita Chini [2015-2018] [41] avec Safran Landing System et TIMET (classée confidentielle) et du stage Master de Marcia Boukangou [2019] en partenariat avec TIMET-FR. L'objectif était de caractériser les hétérogénéités de microstructure/texture (par EBSD et aussi diffraction des neutrons) dans des billettes et disques forgés en alliage de titane Ti 10-2-3 et d'analyser leur influence sur les propriétés mécaniques².

Dans cette section, je détaille quelques résultats marquants de ces études (sans être exhaustive) afin de pointer l'apport de la technique EBSD dans la démarche mise en œuvre. Le Tableau 1-4 détaille la composition chimique des alliages de titane mentionnés dans cette partie.

Tableau 1-3 : Composition chimique de différents alliages de titane (%massique)

Alliage Ti		Ti	Al	V	Sn	Zr	Nb	Mo	Si	C	Fe	O	N	H
IMI 834	Min.	bal.	5.5	-	3	3	0.5	0.25	0.2	0.04	-	0.075	-	-
	Max.	bal.	6.1	-	5	5	1	0.75	0.6	0.08	0.05	0.15	0.03	0.006
Ti 6242	Min.	bal.	5.5	-	1.8	3.6	-	1.8	0.06	-	-	-	-	0.01
	Max.	bal.	6.5	-	2.2	4.4	-	2.2	0.13	0.08	0.25	0.15	0.05	0.0125
Ti 6246	Min.	bal.	5.5	-	1.75	3.6	-	5.5	-	-	-	-	-	-
	Max.	bal.	6.5	-	2.25	4.4	-	6.5	-	0.04	0.15	0.15	0.04	0.0125
Ti 6-4	Min.	bal.	5.5	3.5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Max.	bal.	6.75	4.5	-	-	-	-	-	0.08	0.4	0.2	0.05	0.015

² Grace à un soutien du Labex DAMAS et de la Région Lorraine puis de l'IRT M2P [RESEM-2019], cette étude a été complétée (1) par des simulations micromécaniques EVPSC à champs translés sur des microstructures de complexité croissante [Post-doc de S. Lhadi 2017-2019] [42] [43] [44] et (2) des essais de traction au synchrotron Diamond -UK pour le suivi in-situ des déformations de réseaux par diffraction de rayons X – en collaboration avec O. Castelnau PIMM [Post-doc Ravi Raj Purohit PURUSHOTTAM RAJ PUROHIT 2019-2021] [45] [46]. L'objectif était d'évaluer l'influence de l'anisotropie élastique de la phase β et α sur le transfert de charge entre les différentes composantes de texture des phases α/β et prédire la hiérarchie de leur activité plastique. Enfin, les données de diffraction dans le domaine élastique ont été couplées à des résultats de simulations micromécaniques pour évaluer les constantes élastiques β les plus probables par inférence Bayésienne.

1.3.1 L'EBSD un outil de choix pour l'étude des macrozones dans les alliages de Titane

Certaines pièces en alliage de titane telles que des disques de compresseurs présentent après attaque métallographique adaptée, une macrostructure. Cette macrostructure révèle en fait des zones de tailles millimétriques, souvent appelées macrozones, présentant chacune une orientation cristallographique préférentielle différente de celle de son voisinage.

Du fait de l'anisotropie élastique de la phase α (et aussi de la phase β pour certaines nuances riches en éléments β -gènes), ces macrozones sont à l'origine de la dégradation des propriétés mécaniques des pièces, notamment de leur durée de vie réduite en fatigue oligocyclique avec maintien de la charge (appelé fatigue -dwell). Encore récemment, le BEA (Bureau d'Enquêtes et d'Analyse pour la sécurité de l'aviation civile) a pointé la présence de ces macrozones dans son rapport d'investigation concernant l'accident de l'Airbus A380 d'Air France survenu le 30 septembre 2017 sur le vol Paris-Los Angeles (Figure 1-7)

nécessitant un atterrissage d'urgence³. Ce rapport pointe le manque de compréhension de l'effet « cold dwell » et l'absence d'instruction dans la certification des pièces de grandes dimensions prenant en compte des caractéristiques de ces macrozones.

L'EBSD a été (et est toujours) un outil de choix pour l'étude de ces macrozones. En effet, les progrès continus des systèmes EBSD depuis les années 2000 permettent de scanner des zones de plus en plus larges (en combinant le déplacement du faisceau et le déplacement de la platine) avec un temps d'acquisition des données qui se réduit de plus en plus (grâce au développement des cameras avec des vitesses d'acquisition de données en constante augmentation).



Figure 1-7 : Examen visuel du moteur suite à l'accident de l'Airbus A380 d'Air France survenu le 30 septembre 2017 sur le vol Paris-Los Angeles

³ <https://www.bea.aero/en/investigation-reports/notified-events/detail/accident-to-the-airbus-a380-861-registered-f-hpje-and-operated-by-air-france-on-30-09-2017-en-route-over-greenland-investigation-delegated-to-bea-by-the-authorities-of-denmark>

La Figure 1-8 Figure 1-8 montre une carte EBSD acquise sur une zone de 20mmx7.5mm d'une billette de l'alliage IMI834. Elle révèle des domaines α (identifiés à partir des orientations cristallines) de taille millimétrique, alignés suivant la direction axiale de la billette et présentant une orientation majoritaire (ou à minima un alignement majoritaire d'un axe, ici l'axe c). Il est important de noter que ces zones se caractérisent par une microstructure conforme après analyse métallographique classique, caractérisée par une taille de grains de l'ordre de la dizaine de μm . L'EBSDB va donc permettre de révéler une nouvelle échelle d'analyse de la microstructure, influençant fortement les propriétés mécaniques locales [47].

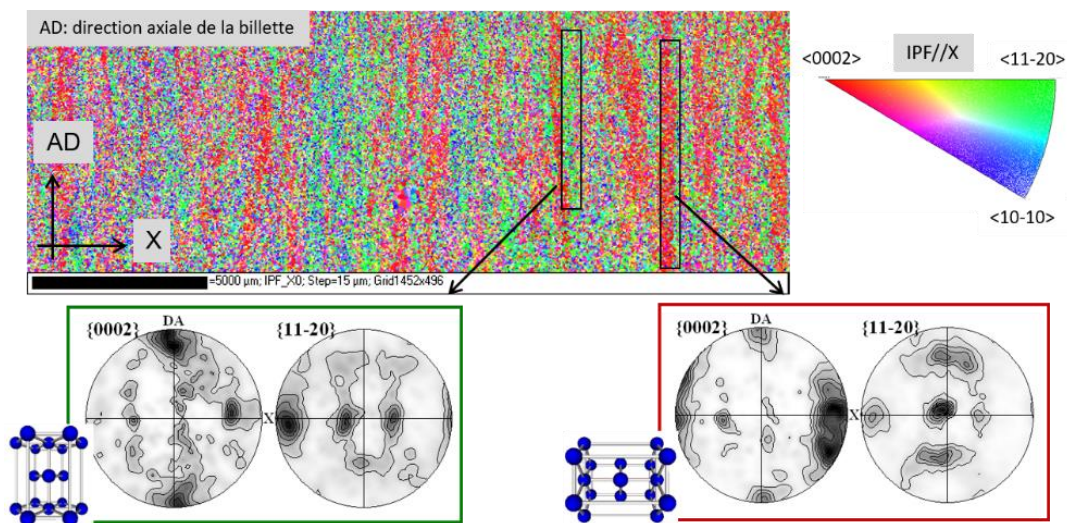


Figure 1-8 : Large carte EBSD révélant la présence de macrozones dans une billette d'IMI 834 (code de couleur de l'IPF(Inverse Pole Figure)//X)

1.3.2 Nature et origine des macrozones en fonction de l'alliage et de la microstructure considérée

L'ensemble de nos travaux montre que derrière cette terminologie 'macrozones', on trouve des caractéristiques microstructurales en lien avec les orientations locales très différentes. Par conséquent il y a différentes origines dans la genèse de ces hétérogénéités au cours de procédés de mise en forme des pièces (en fonction de l'alliage et de la microstructure considérée).

Cas de la microstructure majoritairement lamellaire (ou ' β -transformé') -alliage de titane quasi- α et α/β :

La Figure 1-9 présente le résultat d'une analyse réalisée au cœur d'un disque de compresseur en alliage de titane Ti 6242 [39] . Sa microstructure est majoritairement α lamellaire. Elle se caractérise (Figure 1.9 a) par d'ex-grains β en forme de « crêpe » d'une épaisseur $\sim 80\mu\text{m}$ et aplatis sur plusieurs millimètres par le forgeage en β . Lors du

refroidissement, ces grains sont majoritairement transformés en phase α qui forme d'abord un liseré au niveau des joints β/β (α_{GB}) puis se développe sous forme de colonies de lamelles de 2 à 5 μm d'épaisseur de type Widmanstätten (α_{WGB}). Au cœur du β grain se forme la phase intragranulaire plus enchevêtrée. Un recuit additionnel transforme la phase β résiduelle en fines aiguilles α secondaire (uniquement visible à fort grandissement).

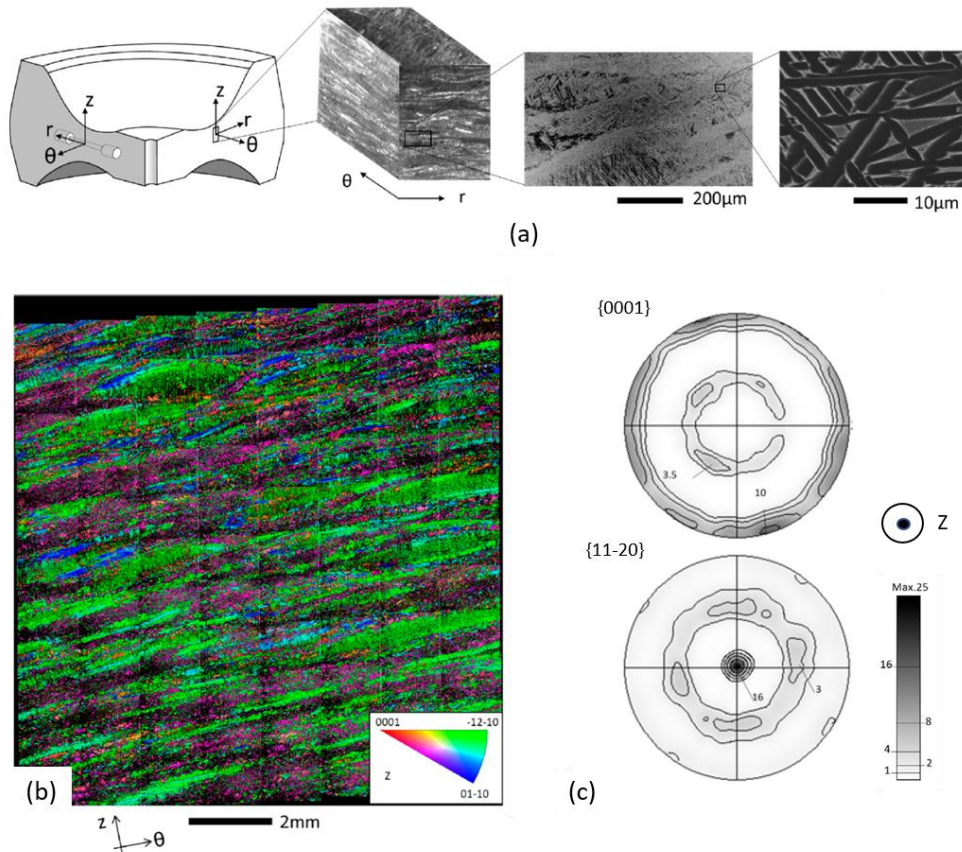


Figure 1-9 : Analyse EBSD d'un disque forgé en alliage de titane Ti6242 (a) Partie centrale du disque considéré et microstructure associée, (b) Carte EBSD de la phase α lamellaire (code de couleur selon le triangle standard - IPF/ Z -direction de compression), (c) Figures de pôles α calculées à partir de l'ensemble des cartes acquises.

L'analyse EBSD révèle une texture très marquée de la phase α avec une composante majoritaire de fibre $\langle 11.0 \rangle // Z$ (direction de compression). La carte EBSD révèle que cette composante de fibre correspond majoritairement à de larges colonies de phase α (α_{WGB}). Il est fréquent d'observer que deux colonies s'étendent de part et d'autre des ex-joints de grains β avec des orientations proches, formant une structure dite « en plume ». On détecte même des configurations dans lesquelles ces structures s'étendent sur 3 grains β parents, envahissant la majorité du grain central. Ces « macrozones α » résultent d'un mécanisme de sélection de variant lors de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ qui favorise la mise en commun de variant entre deux grains β voisins (mécanisme analysé et quantifié plus en détail section 1.2). Nous avons montré que la texture de déformation par compression de la phase β (obtenue par reconstruction) est propice à la mise en commun de variants α d'orientations proches. A cet effet de texture, s'ajoute l'effet de morphologie du grain β qui crée des interfaces β/β favorisant le développement de colonies s'étendant sur plusieurs centaines de μm .

Cas de la microstructure bimodale -alliage de titane quasi- α et α/β :

La microstructure bimodale correspond à la microstructure d'emploi de nombreux alliages quasi- α comme l'IMI 834 ou α/β comme le TA6V. Elle est constituée :

- (1) de nodules de phase α primaire (notée α_p) issus de la fragmentation (parfois partielle) d'anciennes lamelles ' β -transformé'
- (2) d'une matrice dite ' β -transformé' caractérisée par des lamelles de phase α secondaire (notées α_s) héritées de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha_s$, organisées en colonies ou en panier tressé.

Nos travaux sur l'alliage quasi α -IMI 834- ont montré que ces macrozones correspondent à des régions de taille centimétrique, dans lesquelles les grains α_p présentent une composante de texture unique qui garde des traces de la relation d'orientation avec la matrice β environnante et dans lesquelles les colonies α_s ont également une composante de texture majoritaire qui coïncide avec celle des grains α_p [47]. Il est à noter que les grains α_p et les colonies α_s appartiennent tous les deux à la phase hexagonale du titane. Pour les distinguer automatiquement sur la carte EBSD, nous avons couplé la carte EBSD à l'imagerie BSE en champ large (dont le contraste permet de distinguer les deux constituants) [48]. De plus, les cartes d'orientations des colonies α_s ont été utilisées pour reconstruire la carte d'orientation des grains parents (voir chap. II). Le résultat montre qu'au sein d'une macrozone, on retrouve différents agglomérats de sous-grains β orientés autour d'une même composante de texture. Enfin, la connaissance de la texture parente et héritée nous a permis de mettre en évidence une forte sélection de variants dans la transformation $\beta \rightarrow \alpha_s$. Cette sélection de variants a pu être simulée à l'aide d'un critère de minimisation de l'énergie élastique du système lors de la germination des variants α_s [49].

Ces macrozones se développent donc à différentes étapes du procédé de conversion du lingot en billette, correspondant successivement à des traitements thermomécaniques dans le domaine β puis dans le domaine $\alpha+\beta$. A l'issue du traitement dans le domaine β , la microstructure est formée de gros grains β transformés en larges colonies de Widmanstätten. Nous avons étudié comment la suite des étapes de déformation en α/β peut contribuer à former des zones avec des nodules α_p (ou ex- lattes partiellement fragmentées) partageant une même composante de texture et conservant des traces de la relation de Burgers avec la matrice β environnante [50]. Pour cela des essais de compression à différents taux de déformation et à une température se rapprochant des conditions industrielles ont été réalisés pour mieux comprendre les mécanismes actifs lors de la conversion « α lamellaire \rightarrow nodule α_p ». Nous avons montré que le développement d'une composante de texture majoritaire des nodules α_p résulte de la forte texturation des ex-colonies α lors de leur déformation très hétérogène et non indépendante de la fragmentation de la matrice β environnante. Ainsi, les nodules d'orientations proches peuvent être issus d'une même ex-colonie de lattes qui ont subi les mêmes rotations cristallines lors de leur fragmentation. La relation d'orientation de Burgers peut être maintenue localement. Nous avons également montré que ces zones dépassent largement la taille des ex-colonies. En effet, elles peuvent recouvrir différentes colonies du même grain parent ou même de grains voisins qui ont développé la même composante de texture lors de leur déformation.

Ces macrozones sont conservées dans les zones des disques les moins déformées par compression. Par contre dans les zones de contre-forge, les macrozones ont été supprimées en partie par la non conservation des relations de Burgers existant initialement entre les phases α_p et β (Figure 1-10) [51].

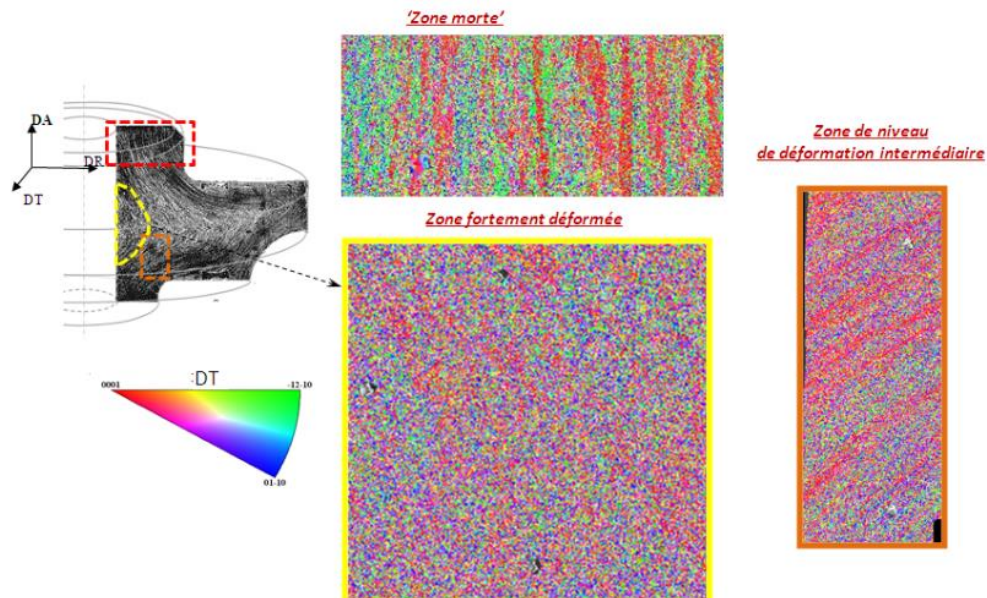


Figure 1-10 : Trois cartes EBSD acquises dans des zones d'un disque en IMI834 ayant subi différentes histoires thermomécaniques— les cartes sont localisées sur la macrographie de la tranche du disque

Cas de la microstructure bi-tri/modale -alliage de titane β métastable :

Plus récemment, nos travaux sur l'alliage β métastable Ti-10V-2Fe-3Al (étude confidentielle) ont également mis en évidence par EBSD de nouvelles échelles d'analyse de la microstructure [52]. Dans ce cas, la microstructure d'emploi est plus complexe et contient une fraction beaucoup plus importante de phase β (~40%). Elle comprend des nodules α_p de 2 à 5 μm de diamètre. Ces derniers se localisent aux ex-joints de grains β équiaxe avec une taille de 5 à 10 μm , partiellement transformés en lamelles α secondaires (α_s) organisées localement en colonies ou en panier tressé ou formant un liseré aux ex-joints de grains β (α_{sgb}). Par conséquent, la phase β résiduelle se retrouve sous forme d'entités de taille micrométrique, voire nanométrique.

Pourtant, l'analyse EBSD révèle de larges domaines cristallins de la phase β présentant de proche en proche de faibles désorientations. A une échelle macroscopique, ces domaines de phase β sont millimétriques (voire centimétriques) et allongés selon la direction axiale de la billette. Ils sont en fait la trace des ex-grains issus de la forge en β . La taille de ces grains et leur texture varient en fonction de leur localisation dans la billette (cœur/mi-rayon/peau) et diffèrent également d'un semi-produit à un autre selon son histoire thermomécanique (les différents fournisseurs appliquant des chemins thermomécaniques différents pour atteindre la qualification du produit). Enfin, nous avons montré que la fragmentation des grains β -forgés en grains micrométriques varie fortement en fonction de leur orientation cristallographique et leur localisation dans la billette. Les effets de morphologie et de

texture de ces domaines β peuvent fortement influencer le comportement macroscopique de l'alliage. Lors du post-doctorat de Safaa Lhadi nous avons montré à partir de microstructures modèles (100% β puis avec 15% de nodules α) les effets de l'anisotropie élastique et plastique des phases en présence sur les redistributions de contraintes dans la transition élasto-viscoplastique [42] [43] [44].

De même que pour les alliages quasi- α et α/β , la phase α présente également des hétérogénéités de texture locale avec des zones regroupant des nodules α_p dispersés autour d'une même composante de texture conservant des traces de la relation d'orientation avec la matrice β environnante et des colonies α_s renforçant ces hétérogénéités par un mécanisme de sélection de variants. On note que des publications récentes rapportent également la présence de macrozones dans les alliages β -métastable avec des caractéristiques semblables [53] [54].

Nos travaux montrent qu'en imagerie certaines zones α_s présentent un enchevêtrement de lamelles souvent interprété par la présence d'orientations de lattes différentes. La Figure 1-11 révèle pourtant que certaines zones en lattes enchevêtrées (Figure 1-11e) recouvrent en fait des lattes d'orientations proches partageant le même axe c (Figure 1-11d). L'étude de la relation d'orientation de Burgers (voir Tableau 1-1 : Les 12 relations d'orientations dans la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ définissant les variants théoriques α_i et les plans d'habitats (PH) de type $\{334\}_\beta$ associés) montre qu'il s'agit de deux variants désorientés en moyenne de 10° autour de l'axe c et ces variants s'appuient en fait sur des plans d'habitat pratiquement à 90° . Cela conduit en imagerie à des traces de l'interface α/β très différentes dans le plan d'observation pour des variants très faiblement désorientés.

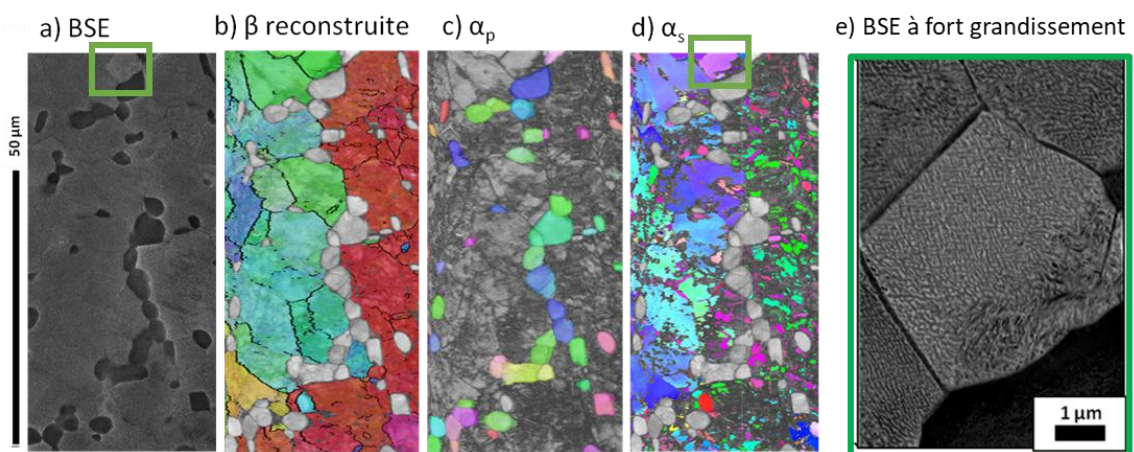


Figure 1-11 : Analyse EBSD au sein d'une pièce forgée en Ti10-2-3 – mesure réalisée aux joints des ex-grains β -forgés. (a) Image en BSE, Carte d'orientations (IPF//DR) (b) de la phase β (par reconstruction), (c) des nodules α_p (d) des lattes α_s (e) BSE à fort grossissement de la zone encadrée en a et d.

I.4 L'EBSD appliquée à l'étude des faciès de rupture – Influence des macrozones sur les propriétés en fatigue

I.4.1 Méthodologie d'analyse

Nos travaux ont montré que l'analyse EBSD réalisée sur un faciès de rupture peut significativement enrichir une analyse fractographique classique. Pourtant la littérature rapporte peu d'analyse de ce type. Il est vrai que l'analyse directe du faciès de rupture est délicate ; la forte topologie de la surface de rupture perturbe l'acquisition du signal de diffraction. Notre expérience montre cependant qu'il est souvent possible d'optimiser les acquisitions en mode 'manuel' ou 'semi-automatique' pour obtenir les orientations cristallographiques de grains facettés et leur environnement proche.

Plus largement, la méthodologie que nous avons mise en œuvre consiste à compléter les analyses sur le faciès brut par des analyses EBSD sur le faciès poli après différentes étapes de polissage successives, pour contrôler l'approche du site d'amorçage au niveau de la surface polie. Ce type d'analyse est à la fois pertinent parallèlement et perpendiculairement au faciès de rupture. Il peut même être recommandé d'analyser les deux faciès complémentaires afin de localiser la zone d'amorçage dans son environnement tri-dimensionnel.

Cette méthodologie a été appliquée à différents faciès de rupture en traction et surtout en fatigue de différents alliages de titane pour analyser le rôle des hétérogénéités de microstructure et de texture locales sur l'amorçage des fissures [55] [40] [56] [41].

Dans la suite, nous détaillons une étude menée sur l'alliage 6242 de microstructure lamellaire [39]. Une campagne d'essais de fatigue-dwell a été réalisée à partir d'éprouvettes prélevées dans différentes zones du disque forgé donné Figure 1-9 ainsi que des lopins tests, selon des directions radiales (RD), tangentielles et axiales (chaque zone ayant une histoire thermomécanique différentes lors de la forge). Les essais de fatigue dwell ont été réalisés à température ambiante avec une contrainte maximale de 900 MPa (environ 92% de σ_y), maintenue pendant 120 s. Le temps de chargement et de déchargement est de 1,5s. Les plus courtes durées de vie ont été obtenues sur les éprouvettes prélevées selon la direction radiale. La Figure 1-12 montre la surface de rupture typique de ces éprouvettes. Plusieurs facettes allongées, légèrement inclinées par rapport au plan de fracture et entourées de microfissures ont été observées.

I.4.2 Analyse fractographique couplée à l'analyse EBSD

La Figure 1-12b propose un zoom de la grande facette (1,4 mm de long) qui est analysée plus en détail dans la suite. La région encadrée en noir Figure 1-12c localise la zone observée après un polissage; la ligne illustre la coupe additionnelle réalisée pour l'analyse de la microstructure dans le plan transversal (coupe réalisée sur la 2^{ème} partie de l'éprouvette rompue).

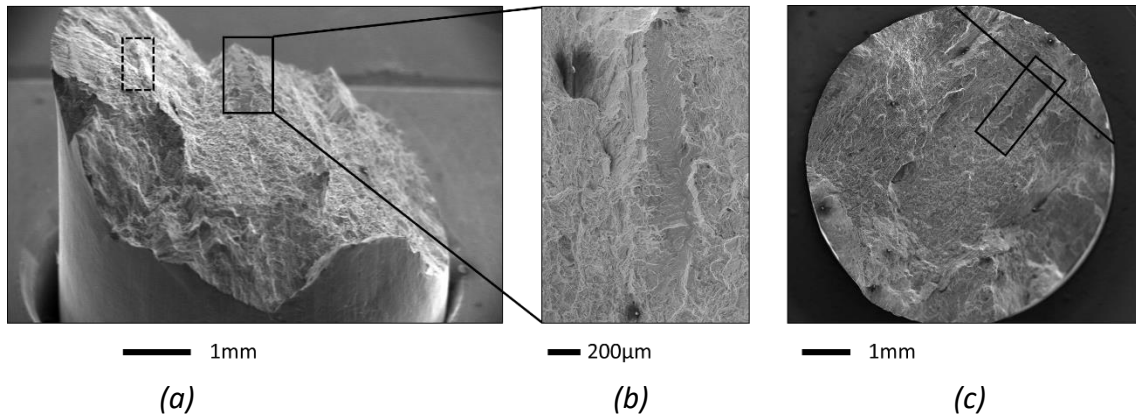


Figure 1-12 : (a) Faciès de rupture d'une éprouvette en Ti6242 sollicitée en fatigue dwell suivant RD; (b) Zoom sur la facette allongée; (c) Vue de dessus de la surface de rupture; la région encadrée en noir localise la zone analysée après polissage; la ligne illustre la coupe transverse (réalisée sur la 2ème demi-éprouvette) pour analyser la microstructure sur un 2ème plan de coupe

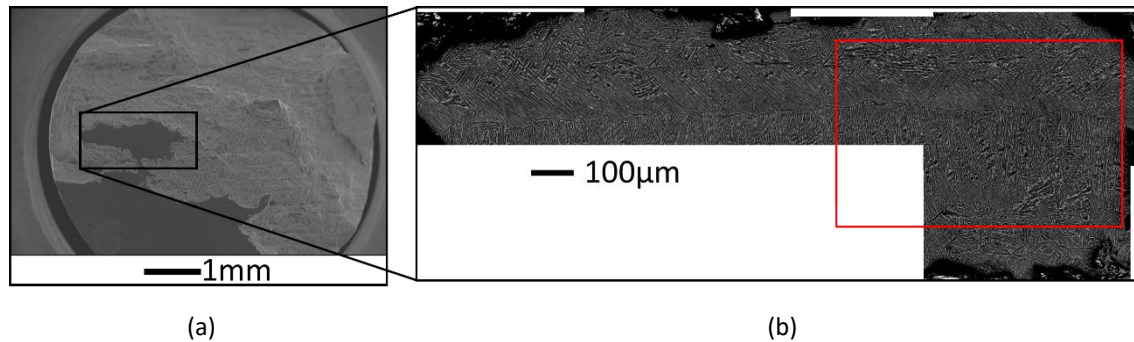


Figure 1-13 : Faciès de rupture après polissage. (a) Vue macroscopique, (b) Microstructure sous la facette allongée vue Figure 1-12b,c, imagée avec le détecteur BSE. La zone analysée plus en détail par EBSD est encadrée en rouge

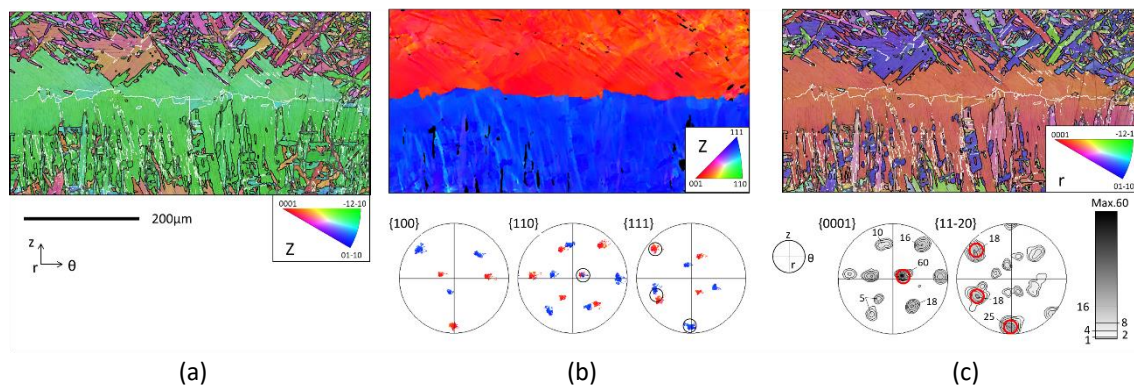


Figure 1-14 : Données EBSD acquises sous la facette :

- (a) carte d'orientation de la phase α selon le code de couleur de l'IPF//z (désorientations angulaires entre 3-15° : en blanc);
- (b) carte β -IPF//z reconstruite et projections des orientations β près de la frontière sous forme de figures de pôles - FPs (les grains β sont désorientés de $\sim 53^\circ$ <110>, cette désorientation spécifique leur permet de partager un pôle {110} commun et d'avoir deux directions <111> à $\sim 60^\circ$, encerclés sur les FPs- β);
- (c) carte α (selon le code de couleur de l'IPF//r correspondant à la direction de traction) (désorientations angulaires entre 3-15° : en blanc) et densités de pôles α projetées sous forme de FPs (les pôles β/α impliqués dans la sélection du variant au joint de grains selon BOR sont encerclés sur les FPs correspondantes; cela définit l'orientation des colonies α de la structure en plume à la frontière β/β , encerclées sur les FPs- α).

La microstructure sous-jacente à la facette (Figure 1-14) révèle deux grandes colonies α_{wgb} se développant à partir d'un ex-joint de grains β , décoré par un liseré α_{GB} discontinu. Il s'agit des structures dites en « plumes » déjà observées dans le disque (Figure 1-9). Ces colonies α partagent des orientations proches qui appartiennent à la fibre α principale $\langle 11.0 \rangle // z$ et sont séparées par un joint de faible désorientation ($6/7^\circ$). L'axe c des colonies est à $18-22^\circ$ de la direction radiale r (également direction de traction).

La carte β reconstruite (Figure 1-14b) indique que ces colonies sont héritées de deux grains β appartenant respectivement aux fibres $\langle 100 \rangle_\beta // z$ (en rouge) et $\langle 111 \rangle_\beta // z$ (en bleu). Les colonies α formant la facette correspondent aux variants cristallographiques les plus proches entre ces deux grains β comme le révèle la comparaison des figures de pôles $\{110\}_\beta / \{111\}_\beta$ (Figure 1-14b) et $\{0002\}_\alpha / \{11-20\}_\alpha$ (Figure 1-14c) (mécanisme de sélection de variants étudié en détail au §1.2).

1.4.3 Environnement cristallographique du site d'amorçage de fissures

La seconde partie de l'éprouvette rompue a été polie perpendiculairement à la surface de rupture jusqu'à la facette pour observer le voisinage 3D des colonies facettées (la ligne en trait plein Figure 1-12c localise le plan de coupe). La Figure 1-15 montre une analyse des données EBSD acquises dans la section (z, r).

Les colonies en forme de plumes sous la facette (en rouge selon le code de couleur de l'IPF// r) sont adjacentes à une colonie d'orientation différente (en bleu) qui a visiblement subi une déformation par cisaillement pendant l'essai de fatigue. En effet, l'analyse EBSD révèle la présence de lignes non indexées du fait d'une faible qualité de la diffraction. Ces lignes sont compatibles avec la trace d'un plan prismatique (Figure 1-15c). La micrographie BSE à fort grossissement (Figure 1-16) confirme que les lattes de la colonie bleu ont été cisillées. En effet, les traces de glissement sont facilement observables sur la structure des lattes en raison du cisaillement des interfaces α/β entre les lattes.

On remarque également que le plan de la facette est cohérent avec un plan basal comme indiqué Figure 1-15c (voir les lignes pointillées sur la FP $\{0002\}$). Cependant, aucun cisaillement à l'interface α/β de ces lattes n'a été observé ni dans le grain β orienté $\langle 111 \rangle // z$ ni dans celui $\langle 100 \rangle // z$. Cela peut indiquer que peu de déformation plastique a eu lieu avant le clivage basal.

L'ensemble de ces analyses suggère que la formation de ces facettes soit déclenchée par la redistribution des charges entre des zones présentant de fortes différences de propriétés mécaniques locales, du fait de l'anisotropie élastique et plastique des phases α et β en présence.

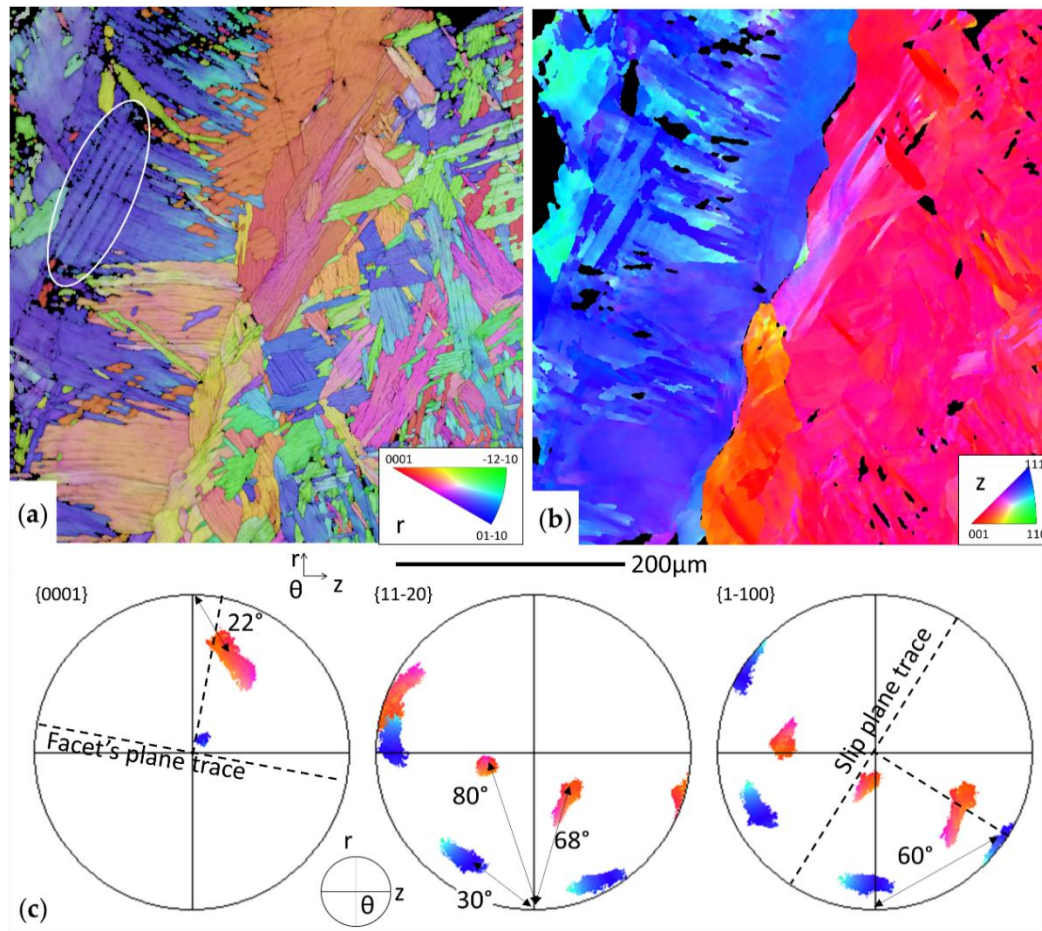


Figure 1-15 : Carte EBSD sur la section transversale à la facette vue Figure 1-12b,c : (a) carte α IPF//r ; (b) carte β IPF//z reconstruite ; (c) orientations de deux colonies α spécifiques, projetées sous forme de FP : la colonie rouge correspondant à la facette et la colonie bleue présentant des marques de déformation. Les lignes en pointillées indiquent la trace de la facette et du plan de glissement dans le plan (z,r)

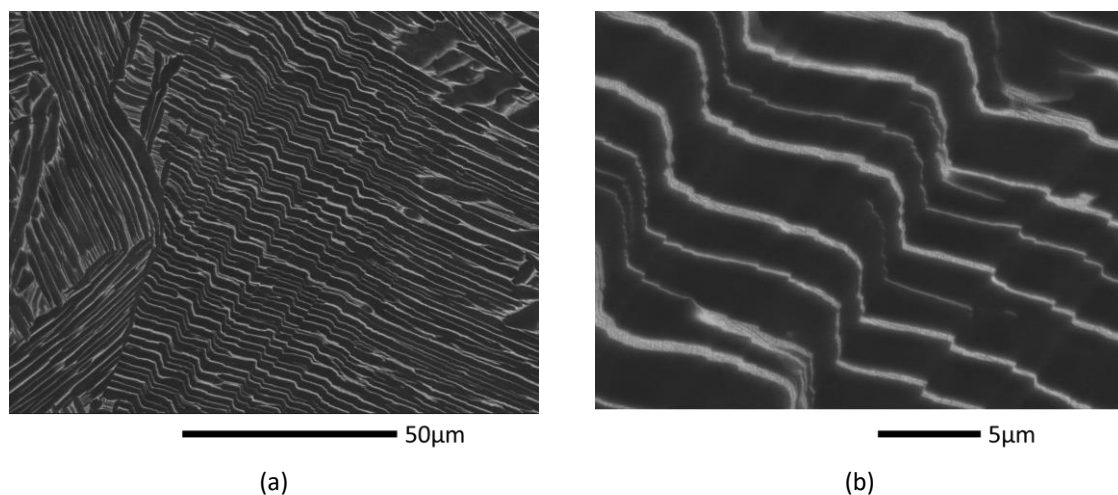


Figure 1-16 : Images BSE révélant la microstructure lamellaire dans la zone encadrée par l'ellipse Figure 1-15 – on observe un cisaillement aux interfaces des lamelles α/β (a) faible et (b) fort grossissement

1.5 Quelques évolutions et progrès récents de la technique EBSD

Encore aujourd'hui, la technique EBSD est en constante évolution pour aller vers des systèmes :

- de plus en plus rapides grâce à l'évolution des détecteurs,
- de plus en plus fiables en terme d'indexation du fait de l'amélioration de la qualité du signal et de son exploitation optimisée basée sur la transformée de Hough, et avec l'émergence de nouvelles approches de traitement du signal de diffraction.

Un détecteur EBSD est principalement composé d'un écran fluorescent, sur lequel vont se former les diagrammes de diffraction, et d'une caméra à bas niveau de lumière constituée d'un système optique et d'un capteur numérique. Cela implique donc la conversion d'électrons en photons puis à nouveau en électrons avec une perte et une dégradation importante du signal du fait des différents rendements de conversion (en particulier pour les électrons de faibles énergies).

Alors que les caméras à capteur CDD ont occupé le marché ces dernières années, les systèmes commercialisés aujourd'hui se sont orientés vers des caméras à capteur CMOS⁴ (et souvent un système optique qui exploite l'apport de la fibre optique) (voir Figure 1-17)[57]. Cette nouvelle génération de caméras a permis de progresser significativement dans la vitesse d'acquisition des données (jusqu'à 5000points/s) pour des clichés de diffraction qui conservent un bon rapport signal sur bruit et une distorsion réduite. Dans le cadre du projet de recherche CARNOT Art que j'ai piloté (voir § 1.5.3 dans la suite), nous avons pu suivre cette évolution et investir en 2019 dans une caméra dernière génération de type CMOS.

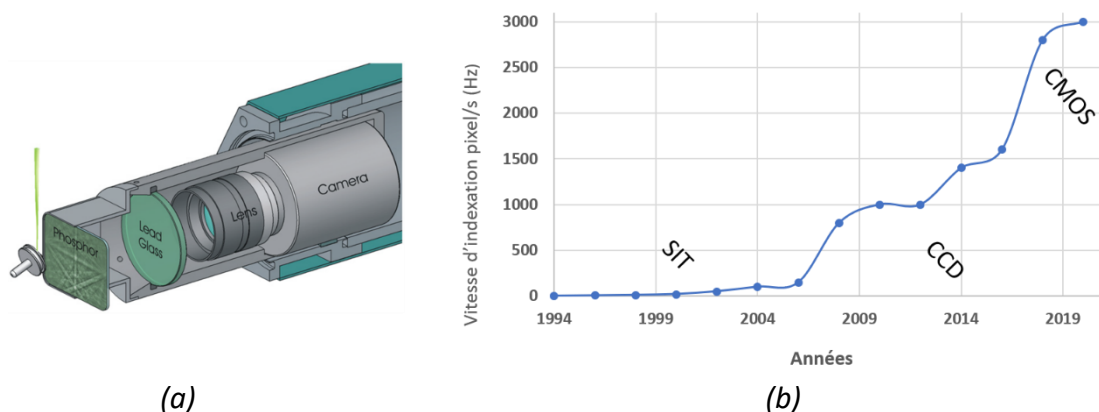


Figure 1-17 : Evolution des caméras EBSD : (a) Les éléments de la caméra, (b) Les différentes générations au cours des années et leur vitesse d'indexation (SIT : Silicon Integrated Tube, CCD : Charge Coupled Device, CMOS : Complementary Metal/Oxyde/Semiconductor)

⁴ CMOS (Complementary Metal/Oxyde/Semiconductor) versus CCD (Charge Coupled Device) :

<https://www.youtube.com/watch?v=9vgtJJ2wwMA>

Dans cette section, nous détaillons les performances aujourd'hui accessibles avec un système EBSD dernière génération en termes de résolution angulaire pour une stratégie d'analyse des clichés basée sur la transformée de Hough que nous rappelons brièvement. L'optimisation des conditions d'acquisition de données pour atteindre une résolution améliorée a été déterminante dans la conduite de deux de nos études que nous résumons : d'une part l'analyse de l'évolution du réseau de sous-joints dans l'oxide d'uranium induite lors d'une déformation par fluage et d'autre part l'évolution de la microstructure au premier stade de la déformation d'un composite à matrice ferritique renforcée par des particules en céramique -TiB₂.

Enfin nous décrivons une nouvelle stratégie d'indexation proposée récemment dans la littérature dite 'pattern matching' avec des applications à nos thématiques de recherche pour discuter les apports de cette stratégie.

1.5.1 Résolution angulaire avec une indexation basée sur une transformée de Hough

Principe de la transformée de Hough

L'approche standard pour détecter les bandes de diffraction du cliché EBSD et les indexer repose sur l'application d'une transformée de Hough. Son principe consiste à transformer une droite définie dans l'espace cartésien par l'équation ($y = ax + b$) en un point dans l'espace de Hough des coordonnées polaires (θ, ρ) (θ étant l'angle de la droite avec l'axe x et ρ la distance à l'origine - voir Figure 1-18). La transformée est en fait appliquée aux pixels du diagramme de diffraction. Ainsi un pixel à la position (x,y) devient dans le plan transformé une sinusoïde ($\rho = x \cos \theta + y \sin \theta$). Par ailleurs, cette transformation est appliquée au diagramme de Kikuchi avec une certaine résolution. Cela consiste à traiter directement un ensemble de pixels voisins du diagramme, définissant un espace ($\Delta\theta, \Delta\rho$) dans le plan transformé, pour limiter le temps de calcul.

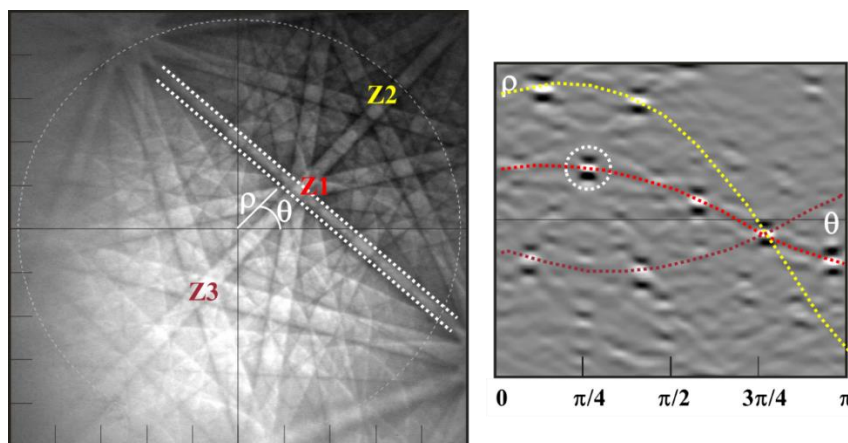


Figure 1-18 : Transformation de Hough appliquée à un diagramme de Kikuchi. La figure de droite montre dans l'espace de Hough les courbes associées aux trois axes de zone Z1, Z2 et Z3 du cliché EBSD (zones de forte intensité correspondant à l'intersection de plusieurs bandes). L'intersection des différentes sinusoides associées à ces points donne une zone de forte intensité facilement détectable et définissant la bande passant par Z1, Z2, Z3

L'indexation des bandes s'effectue avec un système EBSD calibré. A partir des bandes détectées, le système détermine les angles entre celles-ci. Ces angles sont comparés aux angles théoriques entre plans réflecteurs de la structure cristallographique correspondante. La solution retenue est celle qui propose le meilleur ajustement entre un maximum de bandes détectées et simulées. Cet ajustement est évalué à l'aide du MAD (Mean Angular Deviation) qui quantifie l'écart entre les bandes détectées et simulées.

Résolution angulaire des données d'orientations

En termes de résolution angulaire des données EBSD, il est important de distinguer la résolution angulaire absolue et relative. La résolution absolue concerne l'aptitude du dispositif à mesurer l'orientation d'un grain par rapport à un repère macroscopique. Elle est souvent limitée à quelques degrés par la technique EBSD [58].

Ce qui nous intéresse davantage en EBSD concerne la résolution angulaire relative, c'est à dire la désorientation minimale que l'on peut détecter entre deux clichés proches. Cela définit l'aptitude du dispositif à détecter des sous-joints de faibles voir très faibles désorientations dans un matériau avec des applications essentielles à la caractérisation des microstructures de déformation et partiellement recristallisés ou restaurés.

Malheureusement, il n'existe pas à ma connaissance de norme ou de procédure standardisée 'officielle' pour quantifier cette caractéristique. Par conséquent, les différentes valeurs publiées sont souvent difficilement comparables.

Il est préférable de définir la résolution angulaire comme une valeur statistique, décrivant la variation d'orientation obtenue sur un ensemble de grains non déformés. Il est aussi de plus en plus courant de dégager une valeur statistique de résolution angulaire à partir du « KAM-angle⁵ » (Kernel Average Misorientation - Angle), toujours calculé sur une carte EBSD d'un état non déformé. Par rapport à une corrélation directe entre deux points de mesures, la valeur déduite par cette approche dérive d'une moyenne locale et intègre donc un certain lissage des données de désorientations. A partir de la statistique obtenue, il reste à préciser quelle valeur de référence est choisie pour quantifier la résolution angulaire : la moyenne ou le 95^{ème} percentile.

On peut noter que cette analyse de la résolution angulaire ne prend en compte que l'angle de désorientation et ignore l'axe de désorientation. En effet, l'axe de désorientation, mesuré de manière conventionnelle par une transformée de Hough, devient très imprécis lorsque l'angle se rapproche de la résolution angulaire de la technique [59] [60].

⁵ Pour calculer un « KAM-angle », on considère un pixel et son voisinage (1^{er} ou 2^{ème} voisins) et on affecte à ce pixel la moyenne des désorientations du pixel avec son voisinage – en faisant abstraction des fortes désorientations définissant un joint de grains.

La résolution angulaire (relative) dépend essentiellement de la qualité du signal et du processus de traitement du cliché. La qualité du signal de diffraction va être liée au matériau analysé, à son état métallurgique et aux orientations considérées. Elle peut être améliorée en optimisant les conditions d'acquisition (paramètres caméra et MEB). De façon générale, le traitement des clichés par la transformée de Hough donne une résolution angulaire de l'ordre de 0,5° à 1° [61].

Des approches complémentaires, toujours basées sur une transformée de Hough, ont été proposées dans la littérature pour optimiser le traitement du cliché en vue d'améliorer la résolution angulaire [62] [63]. Ainsi le mode 'résolution améliorée' intégré dans le logiciel AZtec Oxford Instrument propose de traiter l'information avec une 2eme transformée de Hough à haute résolution et prenant en compte la forme hyperbolique des bandes pour affiner l'ajustement entre les bandes détectées et celles simulées. La résolution angulaire des données EBSD « classiques » est ainsi améliorée sans impact sévère sur la vitesse d'acquisition. Les exemples détaillés dans les deux parties suivantes illustrent les résolutions ultimes obtenues dans ce cadre.

1.5.2 Application à l'étude de l'Oxide d'Uranium déformé par fluage

Contexte de l'étude :

L'oxyde d'uranium est utilisé dans l'industrie nucléaire en tant que combustible dans les réacteurs à eau sous pression (REP). Les crayons de combustible sont constitués d'un empilement de pastilles d'UO₂ dans une gaine métallique en zirconium, comme illustré sur la Figure 1-19a. Ces pastilles sont fabriquées par frittage de poudre d'UO₂. Toutefois, l'UO₂ présente une mauvaise conductivité thermique qui cause un fort gradient de température quand le réacteur fonctionne. Dans les conditions d'irradiation imposées, la température de la pastille peut atteindre 1500°C à cœur et 600°C en périphérie. Ceci engendre une déformation viscoplastique (fluage) au milieu de la pastille et une zone périphérique fragile qui contient des fissures. Par conséquent, la pastille se déforme et entre en contact avec la gaine après une longue durée d'utilisation, comme indiqué dans la Figure 1-19b.

Pour améliorer la performance du combustible, il est important de comprendre la relation entre la microstructure d'UO₂ et le procédé de fabrication (frittage de poudre) ainsi que le mécanisme de déformation pendant le fluage. Les mécanismes mis en jeu peuvent être partiellement reproduits, hors irradiation, par des essais de compression uniaxiale à haute température (typiquement 1500°C). Les conditions de sollicitation et la microstructure initiale des pastilles d'UO₂ ont une influence sur leur comportement mécanique macroscopique. A l'échelle des grains, des mécanismes de sous-structuration interviennent mais cette sous-structuration n'avait jamais été quantifiée et le rôle des porosités de fabrication n'avait pas été approfondi.

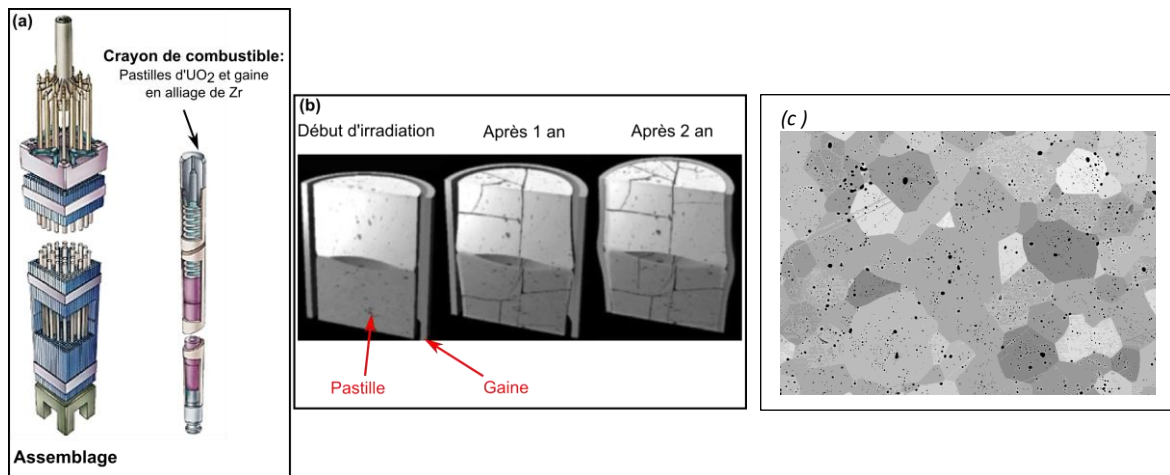


Figure 1-19 : (a) Assemblage des crayons de combustible dans un Réacteur à Eau Pressurisé (b) Endommagement des pastilles suite à une longue durée d'utilisation, (c) Microstructure d'une pastille d'UO₂

C'est dans ce contexte que nous avons démarré une étude avec le Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) de Cadarache (Thèse CEA de Mariem Ben Sadaa 2014-2017) [64]. Notre objectif était de mieux comprendre le rôle de la microstructure de l'UO₂ (en particulier la distribution de porosité intragranulaire) et des conditions de sollicitation sur le comportement visco-plastique de la céramique.

Le travail a intégré :

- la fabrication de deux microstructures avec des tailles de grains et des densités identiques mais des distributions de pores différentes (en termes de fraction inter- et intra-granulaire) - réalisation par le CEA Cadarache
- la réalisation des essais mécaniques dans des conditions contrôlées, choisies comme étant représentatives de celles vues par le combustible en rampe de puissance, du point de vue des températures, des contraintes, des déformations et des vitesses de déformation. Ces essais ont également été réalisés par le CEA. Il s'agit d'essais de fluage en compression uniaxiale, avec des vitesses de déformation de $1,5 \times 10^{-8}$ à $8,8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, des contraintes appliquées variant de 12 à 72 MPa, jusqu'à une déformation moyenne de 0,78 à 16%.
- la mise au point d'une méthodologie de caractérisation de l'évolution des sous-joints de faibles désorientations lors de la sollicitation par fluage en réalisant les premières analyses EBSD et ECCI (Electron Channeling Contrast Imaging) sur ce type de céramique (à notre connaissance).
- L'application de la méthodologie d'analyse des microstructures à l'ensemble des états de déformation obtenus. L'ensemble des résultats a permis d'affiner la compréhension des mécanismes de déformation visco-plastique de l'UO₂ en lien avec la microstructure initiale et les conditions de sollicitation.

Résolution angulaire des données EBSD :

L'acquisition des données EBSD a été optimisée pour mener une étude statistique de l'évolution de la sous-structuration des grains (la procédure est détaillée dans [65]). Afin d'obtenir un compromis satisfaisant entre la qualité du signal et la durée d'acquisition, les cartes EBSD ont été acquises avec une caméra CCD Nordlys S (Oxford Instrument) avec une résolution de 672 x 512 pixels (c.à.d. avec un binning 2x2) avec un temps d'intégration de 43,8 ms par cliché et sans moyennage (avec des paramètres MEB suivants : une tension d'acquisition de 20 KV, un courant d'environ 10 nA et une distance de travail de 15 mm).

Afin d'améliorer la détection et la quantification des sous-joints de grains de très faibles désorientations sur les cartes EBSD, deux aspects ont été intégrés dans la correction des données EBSD : d'une part, la présence de pores qui induit des désorientations artificielles au sein des grains (à supprimer), d'autre part, le filtrage des données pour améliorer la résolution angulaire de la carte. On distingue les données corrigées : données ayant subi une correction destinée à réduire le bruit de mesure au voisinage des pores et les données filtrées : données ayant subi le traitement de correction précédent puis un filtrage au moyen du filtre Kuwahara.

Les cartes EBSD obtenus sur les états non déformés ont été exploitées pour évaluer la résolution angulaire des données à partir de la dispersion d'orientations intra-granulaire. Pour chaque grain détecté, nous avons calculé :

- l'orientation moyenne du grain,
- la déviation moyenne de toutes les mesures par rapport à l'orientation moyenne du grain (noté Average Grain Orientation Spread - A-GOS),
- l'écart maximal de toutes les mesures par rapport à l'orientation moyenne (noté Maximum Grain Orientation Spread" -M-GOS).

Le Tableau 1-5 donne le résultat de cette analyse. En considérant un intervalle de confiance à 3σ , on obtient respectivement pour les données corrigées/filtrées une valeur de l'A-GOS atteignant $0,1^\circ/0,05^\circ$ et une valeur du M-GOS atteignant $0,32^\circ/0,25^\circ$. Ceci indique que le bruit d'orientation est en moyenne égal à $0,1^\circ/0,05^\circ$ sur ces cartes EBSD (à champ étendu) mais qu'il peut atteindre localement $0,32^\circ/0,25^\circ$ respectivement pour les données non filtrées et filtrées. Cette résolution angulaire est meilleure que celle obtenue dans la littérature sur la plupart des matériaux et en particulier sur les études préliminaires menées au CEA sur l' UO_2 [66].

	Données EBSD corrigées		Données EBSD corrigées et filtrées	
	A-GOS	M-GOS	A-GOS	M-GOS
N = 200 grains (Diamètre moyen > 5 μ m)				
Désorientation moyenne	0,05°	0,17°	0,016°	0,12°
Ecart type (σ)	0,015°	0,05°	0,01°	0,04°
Désorientation moyenne + 3 σ	0,1°	0,32°	0,05°	0,25°

Tableau 1-5: Niveau de désorientations correspondant au bruit de mesure

Principaux résultats obtenus : [67] [68]

L'optimisation des conditions d'acquisition des données EBSD pour obtenir une résolution angulaire améliorée sur des données statistiquement représentatives a permis d'étudier de façon quantitative l'évolution de la microstructure lors de la déformation par fluage en fonction des conditions de fluage et de la microstructure initiale.

Le résultat montre que le lot de pastilles L2 (avec moins de pores intragranulaires) présente une vitesse de fluage plus élevée que le lot L1. Différents types d'arrangements de dislocations formant les sous-joints de grains (S-JG) ont été révélés et analysés par ECCI. Grâce à la complémentarité de l'EBSD et de l'ECCI, la répartition des pores dans les grains et la localisation des S-JG ont pu être mises en regard.

Le nombre ainsi que la fraction linéaire des S-JG et leur désorientation augmente avec le taux et la vitesse de déformation. Aux forts taux de déformation, cela conduit à la formation de nouveaux grains par un mécanisme de restauration/recristallisation dynamique par rotation de sous-grains. Pour des conditions de sollicitation identiques, les échantillons du lot L1 présentent un nombre et une fraction linéaire de S-JG nettement supérieurs à ceux du lot L2. De plus, dans le lot L1, les S-JG se localisent essentiellement à proximité des joints de grains alors qu'ils sont répartis dans l'ensemble du grain pour le lot L2. Ces différences seraient liées à une réduction du libre parcours moyen des dislocations du fait de la présence des pores intra-granulaires, qui est susceptible d'induire un ralentissement de la vitesse de fluage de l' UO_2 .

1.5.3 Application à l'étude des premiers stades de la déformation d'un composite à matrice ferrite renforcée par des particules TiB_2

Contexte de l'étude :

Dans le contexte de l'allègement des structures automobiles, ArcelorMittal Research développe des alternatives aux aciers conventionnels afin d'améliorer le ratio entre résistance mécanique et masse, notamment pour les pièces dimensionnées en rigidité (pièces de châssis, suspensions, etc). La densité et la rigidité de l'acier sont améliorées par effet composite en renforçant la matrice en acier ferritique avec des particules en céramique de type TiB_2 (de module de Young élevé $E = 565$ GPa et de faible densité $\rho = 4,5$ g.cm⁻³). Cependant, les mécanismes de déformation plastique et d'endommagement du composite Fe- TiB_2 ne sont pas encore pleinement compris. Le fort contraste de propriétés mécaniques entre la matrice et les renforts induit des concentrations de contraintes locales qui, au cours de la déformation à froid, peuvent favoriser l'apparition d'un endommagement sous la forme de fracturation des particules ou de fissurations / décohésions au niveau des interfaces matrice/renfort.

Notre objectif a été de contribuer à la compréhension des mécanismes de déformation plastique du composite Fe- TiB_2 et d'être capable d'évaluer la répartition très hétérogène des déformations entre la matrice ductile et les renforts indéformables dès les premiers stades de la déformation. L'étude s'inscrit dans le cadre d'un projet CARNOT ART soutenu par ARCELORMITTAL Maizières et le labex DAMAS. Elle associe des travaux conduits dans deux laboratoires du réseau Carnot ARTS (Arts et Metiers ParisTech) : le LEM3 (Metz) et le PIMM (Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux, Paris).

Le travail mené au LEM3 a été réalisé dans le cadre du post-doctorat de Julien Genée [2018-2020]. Il a porté sur une caractérisation fine de la microstructure/microtexture initiale du composite et de son évolution avec la déformation par traction. En particulier, à partir d'analyses en imagerie MEB et EBSD en résolution améliorée (en 2D et en 3D au MEB FIB), nous avons caractérisé l'évolution de la distribution des densités de dislocations géométriquement nécessaires (GNDs) au niveau des interfaces matrice/renfort dès les premiers stades de la déformation en traction et approfondi les effets de morphologies et de distributions localement hétérogènes des renforts [69]. Ces analyses ont ensuite été couplées à des approches numériques sous la direction de Stéphane Berbenni. Un modèle de plasticité cristalline avec une formulation élasto-viscoplastique FFT augmentée avec la théorie des champs de dislocations a été adapté à notre composite. Cette formulation spectrale notée MFDM-EVP-FFT implique un écoulement plastique et un durcissement dépendant à la fois de l'évolution des densités de dislocations géométriquement nécessaires (GND) et des densités de dislocations statistiquement stockées (SSD) [70] [71]. Elle a été appliquée aux effets de morphologie et de distance inter-particules sur le comportement mécanique du composite.

Résolution angulaire des données EBSD :

Pour évaluer les densités de GNDs, en particulier au premier stade de la déformation plastique, il est particulièrement important d'avoir un bruit d'orientation le plus faible possible. Dans cet objectif, les données EBSD ont été acquises avec une caméra EBSD dernière génération équipée d'un détecteur CMOS de 1244×1024 pixels (Oxford Instrument coupé au logiciel AZtec). Les clichés ont été acquis en mode binning 2×2 et traités en « résolution améliorée » avec une vitesse d'analyse de 55 pts/s. Chaque carte a été acquise avec un pas de 100nm. Ce réglage a été optimisé pour couvrir de larges zones (200 grains en moyenne par carte) avec une résolution spatiale satisfaisante et une résolution angulaire améliorée des données d'orientation. Le taux d'indexation a toujours été supérieur à 97%. La figure 3 présente la distribution de l'angle KAM dérivée des données d'orientation brutes acquises sur l'échantillon Fe-TiB₂ non déformé ; la moyenne et son 95ème percentile sont respectivement de 0,069° et de 0,12°. Ces valeurs sont à nouveau significativement améliorées vis-à-vis des valeurs classiquement obtenues par une transformée de Hough standard (pour rappel 0,5°-1°).

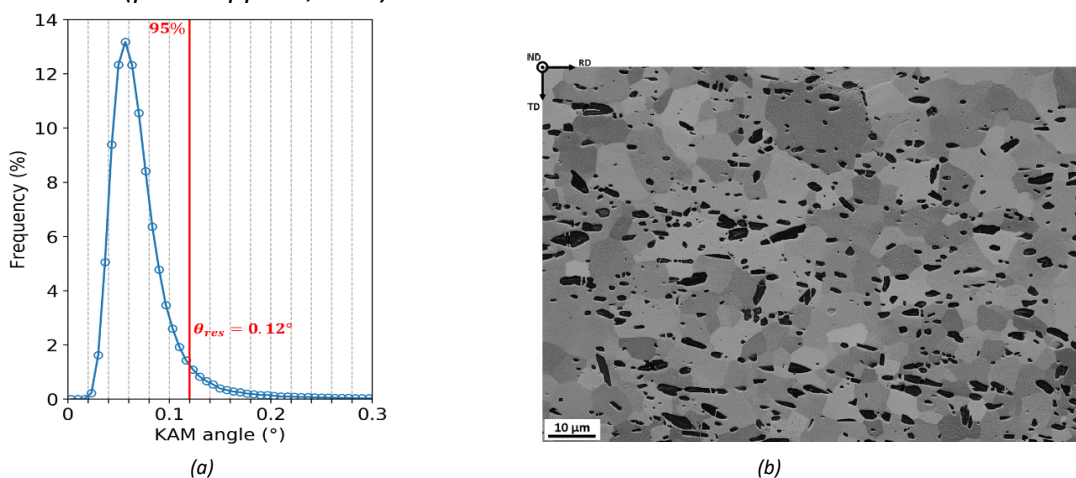


Figure 1-20 : (a) Distribution du KAM-angle à partir de données EBSD acquises sur l'échantillon Fe-TiB₂ non déformé (b).
Le KAM moyen est de 0,069° et son 95ème percentile : $\theta_{95} = 0,12^\circ$

Principaux résultats [69] [72]:

Grace à la bonne résolution angulaire des données EBSD collectées sur un grand nombre de grains, il a été possible de caractériser expérimentalement et prédire numériquement le développement d'hétérogénéités de déformation par l'accumulation de densités de dislocations géométriquement nécessaires (GND) dans un composite Fe-TiB₂ déformé plastiquement sous traction uniaxiale. Nous avons en particulier montré que :

- Une distribution hétérogène des densités de GND se développe avec l'augmentation de la déformation plastique. Les interfaces Fe/TiB₂ sont des régions de fortes incompatibilités de déformation plastique où des empilements et des murs de GNDs se forment puis se développent dans la matrice environnante. Les corrélations entre les densités de GNDs évaluées dans la matrice et les distances aux particules les plus proches ont montré que l'espacement des particules est une caractéristique clé pour la localisation de la déformation. Sa contribution est prédominante par rapport à la contribution des joints de grains de la matrice ferritique, au moins jusqu'à 6% de la déformation.
- La localisation de la déformation est également affectée par la morphologie des particules. Les cartes de densité de GNDs dérivées des données EBSD ont montré que des empilements de GNDs plus étendus et plus intenses se forment aux extrémités des particules allongées.
- En outre, des simulations numériques en champ complet ont été réalisées à l'aide de la théorie MFDM-EVP-FFT. Ces simulations ont montré un accord qualitatif satisfaisant avec les distributions statistiques de GNDs dérivées des données expérimentales. Contrairement aux modèles conventionnels de plasticité cristalline, le modèle MFDM-EVP-FFT est capable de reproduire qualitativement l'accumulation progressive de GNDs à proximité des particules de TiB₂, y compris l'effet des caractéristiques morphologiques des particules.

1.5.4 Apport de nouvelles stratégies d'analyse des clichés EBSD

Limitation de la transformée de Hough :

L'analyse classique des clichés EBSD par la transformée de Hough n'exploite qu'une information très limitée contenue dans le cliché de diffraction, en l'occurrence la position angulaire d'un nombre défini de plans réflecteurs. Ces données sont comparées à une liste théorique de plans réflecteurs pour sélectionner l'orientation du grain cible en considérant une structure cristallographique donnée. Il est possible de comparer visuellement la position des plans théoriques de la solution retenue (à partir d'une simulation cinématique) à la position des plans détectés dans le cliché expérimental.

Cette approche ne prend pas en compte les intensités relatives «réelles» des différents plans réflecteurs, ni la variation du profil d'intensité de diffraction selon la largeur des bandes ou au voisinage des axes de zones, ni même plus simplement la largeur des bandes. Pourtant ces éléments sont porteurs d'information par rapport à la structure cristalline du matériau et peuvent potentiellement enrichir sa caractérisation. Par conséquent, l'approche basée sur la transformée de Hough a ses limites.

Comme nous l'avons dégagé dans les parties précédentes, une première limitation concerne déjà la résolution angulaire. L'indexation fiable des clichés de mauvaise qualité (du fait de l'état métallurgique) pose également problème tout comme la présence de grains nanométriques (à la limite de la résolution spatiale de la technique EBSD ~50 à 100nm). Il est alors difficile de détecter automatiquement un nombre suffisant de bandes pour le grain dominant dans le signal de diffraction. Enfin, une autre limitation est la discrimination des phases appartenant au même groupe d'espace d'un système cristallin cubique mais avec des compositions chimiques et des paramètres de mailles différents. Cela concerne différents systèmes métallurgiques. Par exemple dans le cas des aciers, il est impossible par EBSD de discriminer l'austénite résiduelle et l'ensemble des inclusions ou précipités comme les sulfures de Manganèse, certains carbures ou nitrures. Pour les structures à gros grains, il reste l'alternative de combiner les données EBSD aux données EDS. Cependant pour la plupart des systèmes métallurgiques multiphasés, la taille des précipités (plutôt nanométriques) limite le recours à une analyse chimique quantitative (ou même semi-quantitative).

Une alternative pour l'analyse des clichés EBSD : le 'pattern matching' ou la corrélation de clichés

Depuis les années 2010, de grands progrès ont été faits pour améliorer les simulations dynamiques des clichés EBSD et obtenir en un temps raisonnable des clichés réalistes qui reproduisent les profils d'intensités des bandes de diffraction. Ces simulations s'appuient sur la théorie dynamique de la diffraction des électrons pour inclure correctement les effets de la diffusion multiple dans le cristal [73]. L'approche exploite souvent le formalisme des ondes de Bloch pour calculer la fonction d'onde diffractée à l'intérieur du cristal dans une direction donnée et en déduire la densité de probabilité des électrons. Des termes supplémentaires permettent de décrire les processus initiaux de diffusion inélastique et anisotrope qui constituent les sources ponctuelles du modèle de formation du cliché EBSD. Ces dernières années, l'essentiel des progrès a été apporté par l'augmentation des puissances de calcul. Parmi les contributeurs majeurs, on peut citer les travaux de Aimo Winkelmann [74] [75], Claire Maurice [76] et Marc De Graef [77]. La suite logiciel EMsoft développée par Marc De Graef est disponible en téléchargement libre pour le calcul et la visualisation de diagrammes de diffraction en microscopie électronique à balayage, notamment EBSD (<https://github.com/EMsoft-org/EMsoft>). Les travaux d'Aimo Winkelmann ont eux été intégrés dans un package commercial (Bruker ESPRIT DynamicS).

A partir de ces travaux, une nouvelle approche d'analyse des clichés EBSD a vu le jour. Elle consiste à comparer le cliché expérimental à une banque de clichés simulés. Dans cet esprit, Marc De Graef a proposé des suites- logiciels en téléchargement libre : le 'dictionary indexing' [78] (aujourd'hui intégré dans des packages commerciaux : <https://www.edax.com/products/ebsd/oim-matrix> ou plus récemment le 'spherical indexing' [79]. Les résultats publiés mettent en valeur les avantages de cette stratégie : (1) un meilleur taux d'indexation sur des matériaux à petits grains ou fortement déformés [80] [81], (2) une amélioration de la discrimination des phases de structures cristallographiques proches [82] [83] [84], (3) une amélioration de la résolution angulaire [85] [86] [87] - sans toutefois concurrencer des stratégies de HAR-EBSD – High Angular Resolution EBSD [88] [89].

Dans ces différents travaux, on trouve essentiellement deux différences dans la mise en œuvre de cette nouvelle stratégie d'indexation :

- (1) les hypothèses faites pour simuler les clichés pour reproduire le plus fidèlement certains aspects des clichés expérimentaux,
- (2) le coefficient de corrélation utilisé pour évaluer la similitude des profils d'intensité diffractée entre le cliché simulé (t) et expérimental (f) (Figure 1-21).

$$r = \frac{1}{n_x \cdot n_y} \sum_{x,y} \frac{(f(x,y) - \bar{f})}{\sigma_f} \cdot \frac{(t(x,y) - \bar{t})}{\sigma_t} \quad \rho = \frac{f}{\|f\|} \cdot \frac{t}{\|t\|}$$

(a) Coefficient normalisé de corrélation croisée

(b) Produit scalaire des vecteurs images normalisés

Figure 1-21 : Deux formulations pour évaluer la similitude des profils d'intensité diffractée entre le cliché simulé (t) et expérimental (f).

Nos premières expériences en 'pattern matching' :

L'apport en termes de résolution angulaire a été testé sur l'état déformé du composite Fe-TiB₂ (voir section 1.5.3) dans le cadre d'une collaboration avec Aimo Winkelmann. La Figure 1-22 illustre les faibles et très faibles désorientations localisées au sein de la matrice ferritique et des interfaces entre matrice et précipité pour un état déformé de 4%. Comparée à une analyse basée sur la transformée de Hough (en mode résolution améliorée), la stratégie basée sur le « pattern matching » n'offre qu'une faible amélioration dans la localisation des joints de très faibles désorientations (<0,5°). Les données publiées dans la littérature montrent un effet plus significatif mais s'appuient souvent sur une acquisition des données EBSD non paramétré pour optimiser la résolution angulaire.

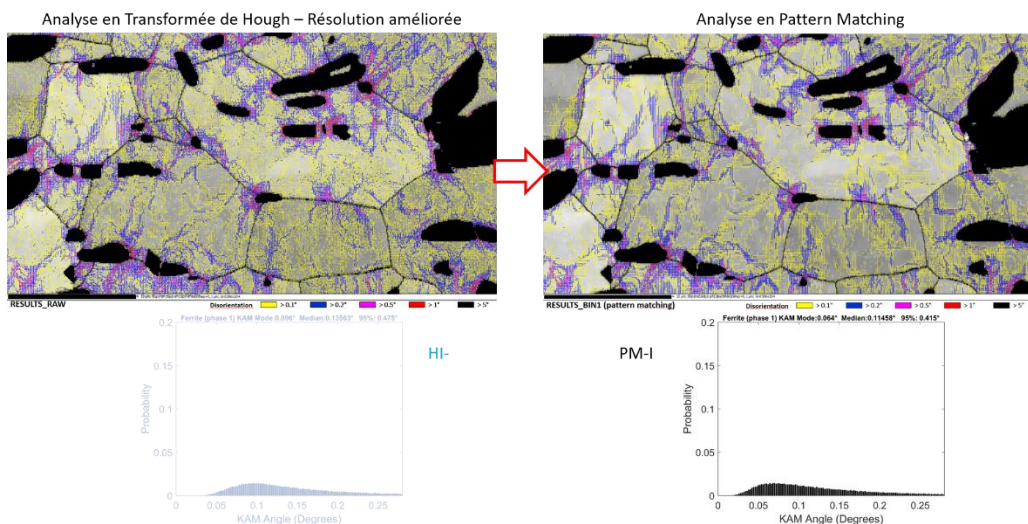


Figure 1-22 : Cartes de désorientations acquises sur l'échantillon Fe-TiB₂ après 4% de déformation en traction et le KAM-angle distribution associé – (a) Indexation avec la transformée de Hough en mode résolution améliorée, (b) Indexation en stratégie Pattern Matching (code de Aimo Winkelmann). Condition d'acquisition des clichés : 15KV, Moyenne x4 (4x5 ms = 20ms, ≈ 50 Hz), Pattern res.: 1244x1024 (full resolution, 1x1 bin – Caméra CMOS- Symmetry) 'Refined accuracy' mode (12 bands)

En parallèle, une collaboration avec Marc De Graef a été initiée avec le soutien du Labex Damas pour implémenter sa méthodologie au LEM3. Les premiers résultats ont été obtenus sur des clichés EBSD acquis sur l'alliage de Titane – Ti10-2-3 – dans le cadre de la thèse de Maria-Rita Chini [2015-2018] (voir section 1.2.2 cas de l'alliage de titane β métastable) [90]. L'objectif était d'évaluer l'apport de cette méthodologie pour améliorer la déconvolution des clichés superposés des zones β -transformées en lamelles secondaires très fines et très enchevêtrées dans une matrice présentant environ 40% de phase β résiduelle.

La Figure 1-23 Figure 1-23 donne un exemple de résultat obtenu en analysant les clichés EBSD soit en phase α (colonne de gauche), soit en phase β (colonne de droite). Il est clair que l'analyse des clichés par « pattern matching » améliore significativement le taux d'indexation des cartes EBSD. Cependant, les zones présentant de fines aiguilles α (avec un très faible taux d'indexation en HI- Hough Indexing) sont en fait indexées selon de larges domaines monocristallins (Figure 1-23c). Cela signifie que dans cette stratégie, la solution retenue est celle majoritaire dans le volume de diffraction. Pour la spécificité de notre microstructure, cela conduit à une vision erronée de la complexité de la distribution locale des orientations. Le résultat est encore plus frappant pour une analyse des données en phase β pour laquelle 97% de la carte trouve une solution.

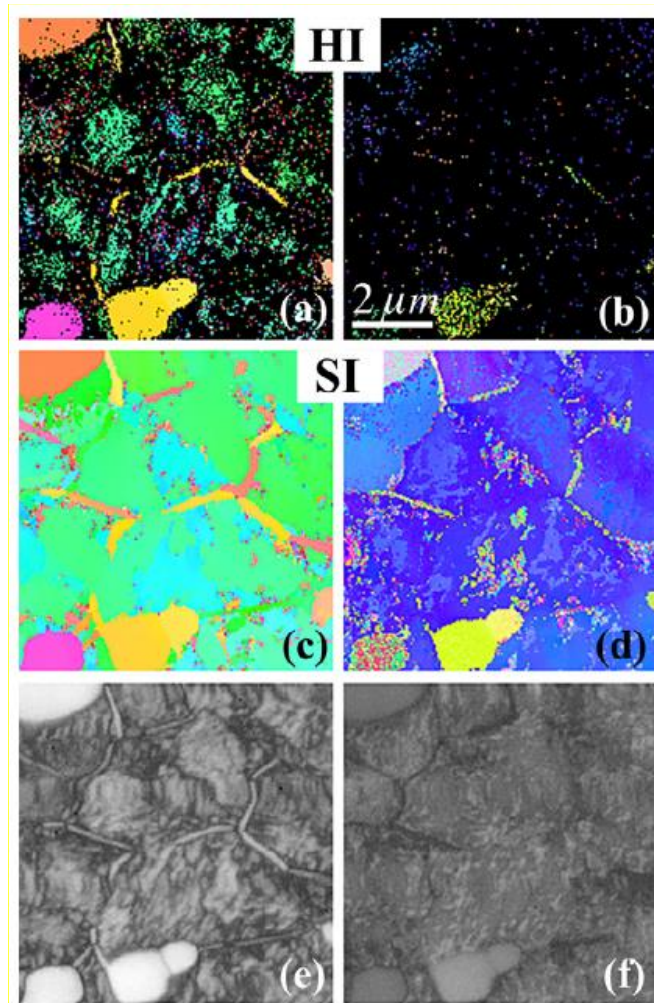


Figure 1-23 : Carte EBSD indexée en phase α (colonne de gauche) et en β (colonne de droite) selon la stratégie d'indexation basée sur la transformée de Hough (HI) (a, b) et selon du « pattern matching » ici en « spherical Indexing » (SI) (c,d). Les cartes de l'indice de confiance (e, f) sont calculées à partir de la valeur maximale du coefficient de corrélation croisée entre les clichés expérimentaux et simulés. (0.-noir et 0,55-blanc).

Pour mieux prendre en compte la complexité des clichés EBSD dans les zones en fines lamelles α secondaire, une nouvelle approche d'analyse des clichés de diffraction a été proposée [90]. Elle s'appuie sur des clichés simulés intégrant la superposition du signal de diffraction de deux phases distinctes en prenant en compte leur relation d'orientation (ici 35% de phase β en relation de Burgers avec 12 variants α par orientation β – voir Figure 1-24). Le résultat Figure 1-25 montre que cette stratégie améliore l'analyse des clichés EBSD expérimentaux pour mieux traduire la présence de zones superposant des signaux de diffraction et restituant mieux la variété des orientations des fines lamelles α secondaires.

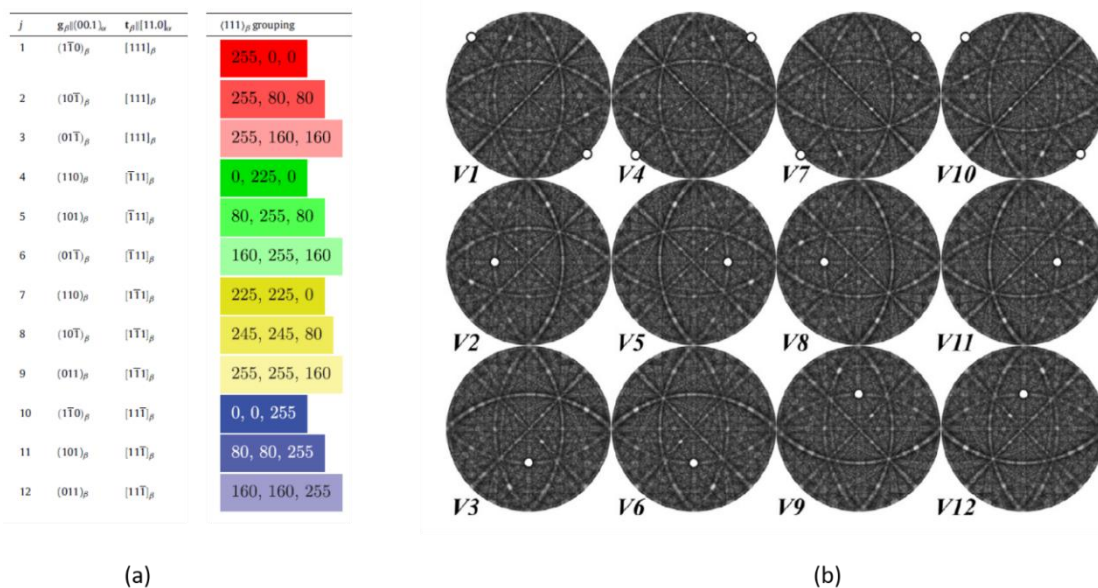


Figure 1-24 : (a) Les 12 variants α hérités d'une orientation β en respectant BOR, (b) Projections stéréographiques des intensités diffractées simulées en considérant la superposition de 35% d'une orientation β avec l'un des 12 variants α (Le cercle blanc indique la position de l'axe c de la phase α).

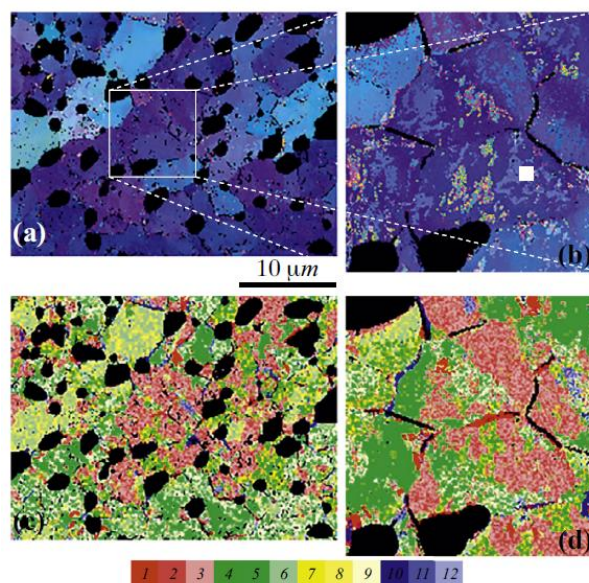


Figure 1-25 : Cartes EBSD obtenues par « pattern matching » en considérant des clichés simulés intégrant la superposition des deux phases α/β en BOR (a et b) : carte IPF- β , (c et d) : carte α selon le code de couleur donné Figure 1-24 pour mettre en lumière les regroupements locaux de variants partageant une même direction $\langle 111 \rangle_{\beta}$.

Conclusions et Perspectives

Ce chapitre a permis de proposer un tour d'horizon de la technique EBSD qui est devenue aux cours des années un outil incontournable en caractérisation des matériaux. Tout en rappelant les principes généraux de la technique, nous avons décrit différents exemples d'applications de l'EBSD. Ces exemples portent sur l'étude de microstructures héritées par la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ dans les alliages de titane (en tenant compte des mécanismes de sélection de variants) et sur l'analyse des hétérogénéités de distribution des orientations cristallographiques associées avec leur impact sur les propriétés mécaniques. La dernière partie du chapitre détaille quelques développements récents de la technique EBSD. Nous avons en particulier quantifié les performances en résolution angulaire d'un système EBSD dernière génération pour des applications à l'analyse quantitative des sous-joints de très faible désorientation dans les matériaux. Enfin, de nouvelles approches de traitement du cliché EBSD de type 'Pattern Matching' ont été décrites et appliquées pour quantifier leur apport dans des configurations pour lesquelles l'approche standard atteint ses limites.

Les développements de la technique EBSD sont actuellement tournés vers d'exploitation de nouvelles générations de caméras : les caméras à détection directe des électrons (DED) [57] [91] [92]. Notre objectif est de contribuer à l'essor de cette technologie dans nos travaux de recherche futurs.

Les progrès récents dans ce domaine ont déjà permis la collecte de clichés EBSD avec un rapport signal/bruit, un contraste et une précision améliorée dans une vaste gamme de conditions expérimentales (en particulier à basse tension). La possibilité de filtrer les électrons en énergie va permettre non seulement d'obtenir une meilleure compréhension de la formation des clichés mais aussi d'élargir l'application de l'EBSD à de nouveaux matériaux et à de nouvelles applications (par ex. l'analyse des paramètres de maille, l'identification des phases complexes).



Figure 1-26 : Deux vues d'un détecteur EBSD dans une configuration sans inclinaison.

D'ailleurs, une nouvelle configuration EBSD sans inclinaison de l'échantillon (Figure 1-26) a été présentée à l'occasion de la conférence EBSD 2021 - RMS (online mars 2021 – présentation de l'Université de Surrey en collaboration avec Thermofischer). Un ensemble de 4 capteurs « Timepix » (de type DED) montés sur un bras rétractable placé sous la pièce polaire du microscope permet de récupérer une intensité de signal acceptable. Le bénéfice de cette configuration est évident en termes de résolution spatiale, de limitation des distorsions et de souplesse pour analyser de grandes zones ou lors d'essais de déformation in-situ. Nous ne sommes donc pas à la fin de l'aventure. La prochaine décennie devrait encore être riche en développement qui profitera à la microscopie d'orientation.

Enfin, de plus en plus de travaux proposent d'exploiter les approches en intelligence artificielle pour identifier les constituants d'une microstructure [93] [94] [95] [96] [97] [98]. Il s'agit par exemple de classer les phases secondaires (perlite, bainite et martensite) d'aciers à matrice ferritique par une approche d'apprentissage automatique [93]. Chaque objet identifié sur des micrographies MO et MEB est labélisé suivant différents paramètres (paramètre morphologique ou lié au pixel). Ces données sont alors introduites dans un algorithme SVM (Support Vector Machine) pour obtenir un classificateur binaire.

Tsutsui et al [94] proposent une méthodologie assez proche en complétant l'analyse des microstructures des aciers par des paramètres cristallographiques obtenus par EBSD (voisinage des variants / désorientation locale) pour finalement alimenter à la fois un SVM et un classificateur Random Forest (RF). Enfin, des méthodes d'apprentissage renforcé ont également été appliquées. Azimi et al [95] ont proposé les réseaux neuronaux convolutifs (CNN) pour effectuer l'extraction de données pour identifier la martensite, la martensite trempée, la bainite et la perlite dans un acier à faible teneur en carbone. Dans le domaine de l'EBSD, Kaufmann et al [99] ont introduit une méthodologie exploitant des CNNs pour identifier la symétrie cristalline des motifs EBSD et l'appliquer à l'identification des phases (du moins l'appartenance à l'un des 14 réseaux de Bravais).

Face à ces premiers résultats très prometteurs, nous avons récemment engagé de nouvelles études avec pour objectif d'intégrer progressivement ces approches d'intelligence artificielle dans l'analyse des microstructures héritées par transformation de phase dans les aciers, en particulier à partir des données issues de l'EBSD.

Références Bibliographiques

- [1] J. A. Venables et C. J. Harland, « Electron back-scattering patterns—A new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope », *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 27, no 5, p. 1193-1200, mai 1973, doi: 10.1080/14786437308225827.
- [2] D. Dingley, « Diffraction from Sub-Micron Areas Using Electron Backscattering in a Scanning Electron-Microscope », *Scanning Electron Microscopy*, p. 569-575, 1984.
- [3] D. Dingley, L. Baker, et L. Hunnings, « Ebsp from Semiconductor-Materials », *Institute of Physics Conference Series*, no 61, p. 541-544, 1982.
- [4] D. Dingley et K. Babakishi, « Use of Electron Back Scatter Diffraction Patterns for Determination of Crystal Symmetry Elements », *Scanning Electron Microscopy*, vol. 1986, p. 383-391, 1986.
- [5] N. Lassen, D. Jensen, et K. Conradsen, « Image-Processing Procedures for Analysis of Electron Back Scattering Patterns », *Scanning Microsc.*, vol. 6, no 1, p. 115-121, mars 1992.
- [6] K. Kunze, S. I. Wright, B. L. Adams et D. J. Dingley, « Advances in Automatic EBSD Single Orientation Measurements » 1993, <https://doi.org/10.1155/TSM.20.41>
- [7] R. A. Schwarzer, D. P. Field, B. L. Adams, M. Kumar, et A. J. Schwartz, « Present State of Electron Backscatter Diffraction and Prospective Developments », in *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, et D. P. Field, Éd. Boston, MA: Springer US, 2009, p. 1-20. doi: 10.1007/978-0-387-88136-2_1.
- [8] Brisset François, « EBSD : Analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés - Applications et techniques couplées – Edition du GN MEB – Novembre 2015 – Edp Sciences
- [9] A. F. Gourgues-Lorenzon, « Application of electron backscatter diffraction to the study of phase transformations », *International Materials Reviews*, vol. 52, no 2, p. 65-128, mars 2007, doi: 10.1179/174328007X160254.
- [10] A.-F. Gourgues-Lorenzon, « Application of electron backscatter diffraction to the study of phase transformations: present and possible future », *Journal of Microscopy*, vol. 233, no 3, p. 460-473, 2009, doi: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2009.03130.x>.
- [11] J. Ruiz-Vargas, N. Siredey-Schwaller, P. Noyrez, S. Mathieu, P. Bocher, et N. Gey, « Potential and limitations of microanalysis SEM techniques to characterize borides in brazed Ni-based superalloys », *Materials Characterization*, vol. 94, p. 46-57, août 2014, doi: 10.1016/j.matchar.2014.04.009.
- [12] D. Goran, « Full Characterization of a Tool Steel Texture and Microstructure by Using Fast Simultaneous EBSD/EDS Measurements », *SSP*, vol. 172-174, p. 1290-1295, juin 2011, doi: 10.4028/www.scientific.net/SSP.172-174.1290.
- [13] M. M. Nowell et S. I. Wright, « Phase differentiation via combined EBSD and XEDS », *Journal of Microscopy*, Vol. 213, Pt 3 March 2004, pp. 296–305, <https://doi-org.insis.bib.cnrs.fr/10.1111/j.0022-2720.2004.01299.x>
- [14] T. P. McAuliffe, A. Foden, C. Bilisland, D. Daskalaki Mountanou, D. Dye, et T. B. Britton, « Advancing characterisation with statistics from correlative electron diffraction and

- X-ray spectroscopy, in the scanning electron microscope* », *Ultramicroscopy*, vol. 211, p. 112944, avr. 2020, doi: 10.1016/j.ultramic.2020.112944.
- [15] G. Nolze, « Improved determination of fcc/bcc orientation relationships by use of high-indexed pole figures », *Cryst. Res. Technol.*, no 1, p. 6, 2006.
- [16] Bauer A.P, Cayron C, et Loge R.e, « Variant selection in surface martensite », *Journal of Applied Crystallography*, vol. 50, no 6, p. 1646-1652, 2017, doi: <https://doi.org/10.1107/S160057671701398X>.
- [17] M. Humbert, B. Petit, B. Bolle, et N. Gey, « Analysis of the γ - ϵ - α' variant selection induced by 10% plastic deformation in 304 stainless steel at -60°C », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 454-455, p. 508-517, avr. 2007, doi: 10.1016/j.msea.2006.11.112.
- [18] N. Gey, B. Petit, et M. Humbert, « Electron Backscattered Diffraction Study of β/β' Martensitic Variants Induced by Plastic Deformation in 304 Stainless Steel », *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol 36A, 2005, p.3291
- [19] F. Sun, J.Y. Zhang, M. Marteleur, T. Gloriant, P. Vermaut, D. Laille, P. Castany, C. Curfs, P.J. Jacques, F. Prima, « Investigation of early stage deformation mechanisms in a metastable β titanium alloy showing combined twinning-induced plasticity and transformation-induced plasticity effects », *Acta Materialia*, vol. 61, no 17, p. 6406-6417, oct. 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2013.07.019.
- [20] J. J. Gao, I. Thibon, D. Laillé, P. Castany, et T. Gloriant, « Influence of texture and transformation strain on the superelastic performance of a new Ti-20Zr-3Mo-3Sn alloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 762, p. 138075, août 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.138075.
- [21] L. Liliensten, Y. Danard, C. Brozek, S. Mantri, P. Castany, T. Gloriant, P. Vermaut, F. Sun, R. Banerjee, F. Prima « On the heterogeneous nature of deformation in a strain-transformable beta metastable Ti-V-Cr-Al alloy », *Acta Materialia*, vol. 162, p. 268-276, janv. 2019, doi: 10.1016/j.actamat.2018.10.003.
- [22] N. Takayama, « Effects of transformation temperature on variant pairing of bainitic ferrite in low carbon steel », *Acta Materialia*, 60 (2012) 2387-2396
- [23] T. Hayashi, S. Morito, et T. Ohba, « Local distribution of orientation relationship and microstructure evolution of lath martensite in an ultra-low-carbon steel », *Scripta Materialia*, vol. 180, p. 1-5, avr. 2020, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.01.011.
- [24] C. Cayron, A. Baur, et R. Logé, « Intricate morphologies of laths and blocks in low-carbon martensitic steels », *Materials and Design*, Volume 154, September 2018, Pages 81-95
- [25] F. Zimmermann et M. Humbert, « Determination of the habit plane characteristics in the β - α' phase transformation induced by stress in Ti-5Al-2Sn-4Zr-4Mo-2Cr-1Fe », *Acta Materialia*, 50 (2002) 1735-1740
- [26] E. Farabi, P. D. Hodgson, G. S. Rohrer, et H. Beladi, « Five-parameter intervariant boundary characterization of martensite in commercially pure titanium », *Acta Materialia*, vol. 154, p. 147-160, août 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2018.05.023.
- [27] Z. Wang et S. Zaefferer, « On the accuracy of grain boundary character determination by pseudo-3D EBSD », *Materials Characterization*, vol. 130, p. 33-38, août 2017, doi: 10.1016/j.matchar.2017.05.023.

- [28] M. Salib, « Étude cinétique et cristallographique de la précipitation de la phase α aux joints de grains β/β dans un alliage de titane », *These de doctorat, Université de Lorraine*, 2015. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2015LORR0042>
- [29] M. Salib, J. Teixeira, L. Germain, E. Lamielle, N. Gey, et E. Aeby-Gautier, « Influence of transformation temperature on microtexture formation associated with a precipitation at b grain boundaries in a b metastable titanium alloy », *Acta Materialia*, 61 (2013) 3758–3768
- [30] D. Bhattacharyya, G. B. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer, et H. L. Fraser, « The role of crystallographic and geometrical relationships between α and β phases in an α/β titanium alloy », *Acta Materialia*, vol. 51, no 16, p. 4679-4691, sept. 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00179-4.
- [31] R. Shi, N. Ma, et Y. Wang, « Predicting equilibrium shape of precipitates as function of coherency state », *Acta Materialia*, vol. 60, no 10, p. 4172-4184, juin 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2012.04.019.
- [32] S. Banerjee et P. Mukhopadhyay, *Phase Transformations: Examples from Titanium and Zirconium Alloys*. Elsevier, 2010.
- [33] R. Shi, V. Dixit, H.L. Fraser, Y. Wang, « Variant selection of grain boundary α by special prior β grain boundaries in titanium alloys », *Acta Materialia*, 75 (2014) 156–166
- [34] R. Shi, V. Dixit, G. B. Viswanathan, H. L. Fraser, et Y. Wang, « Experimental assessment of variant selection rules for grain boundary in titanium alloys », *Acta Materialia*, vol. 102, p. 197-211, janv. 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2015.09.021.
- [35] E. J. Lieberman, A. D. Rollett, R. A. Lebensohn, et E. M. Kober, « Calculation of grain boundary normals directly from 3D microstructure images », *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 23, no 3, p. 035005, avr. 2015, doi: 10.1088/0965-0393/23/3/035005.
- [36] Liu T., Germain L., Teixeira J., Aeby-Gautier E., Gey N., « Criteria for fast and selective α precipitation at β grain boundaries in Ti-alloys Consequence for in-service microstructures », *MATEC Web of Conferences, The 14th World Conference on Titanium*, 10 juin 2019, NANTES (France). 321. DOI: <https://doi.org/10.1051/mateconf/202032112040>
- [37] L. Germain, « Contribution à l'étude des hétérogénéités de texture des billettes d'IMI 834 », *These de doctorat, Metz*, 2005. Disponible sur: <https://www.theses.fr/2005METZ018S>
- [38] E. Uta, « Etude des hétérogénéités de texture et de microstructure au sein de disques forgés en IMI834 : influence sur les propriétés en fatigue-dwell », *These de doctorat, Metz*, 2009. Disponible sur: <https://www.theses.fr/2009METZ054S>
- [39] L. Germain, Y. Samih, P. Delaleau, J. Gilgert, et N. Gey, « Analysis of Cold Dwell Fatigue Crack Initiation Site in a β -Forged Ti-6242 Disk in Relation with Local Texture », *Metals*, vol. 10, no 7, Art. no 7, juill. 2020, doi: 10.3390/met10070951.
- [40] C. Buirette, J. Huez, N. Gey, A. Vassel, et E. Andrieu, « Study of crack propagation mechanisms during Charpy impact toughness tests on both equiaxed and lamellar microstructures of Ti-6Al-4V titanium alloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 618, p. 546-557, nov. 2014, doi: 10.1016/j.msea.2014.09.048.
- [41] M. R. Chini, « Analyse des hétérogénéités de microstructure et de microtexture héritées par transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ dans des pièces massives en alliage Ti-10V-2Fe-3Al : influence sur la dispersion des propriétés mécaniques », *These de*

- doctorat, Université de Lorraine, 2018. Disponible sur: <https://www.theses.fr/2018LORR0149>
- [42] S. Lhadi, S. Berbenni, N. Gey, T. Richeton, et L. Germain, « Micromechanical modeling of the effect of elastic and plastic anisotropies on the mechanical behavior of β -Ti alloys », *International Journal of Plasticity*, vol. 109, p. 88-107, oct. 2018, doi: 10.1016/j.ijplas.2018.05.010.
- [43] S. Lhadi, M.-R. Chini, T. Richeton, N. Gey, L. Germain, et S. Berbenni, « Micromechanical Modeling of the Elasto-Viscoplastic Behavior and Incompatibility Stresses of β -Ti Alloys », *Materials*, vol. 11, no 7, p. 1227, juill. 2018, doi: 10.3390/ma11071227.
- [44] S. Lhadi et al., « Elasto-viscoplastic tensile behavior of as-forged Ti-1023 alloy: Experiments and micromechanical modeling », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 787, p. 139491, juin 2020, doi: 10.1016/j.msea.2020.139491.
- [45] R. raj purohit Purushottam Raj Purohit et al., « Stress partitioning in a near- β Titanium alloy induced by elastic and plastic phase anisotropies: experimental and modeling », *MATEC Web Conf.*, vol. 321, p. 11090, 2020, doi: 10.1051/mateconf/202032111090.
- [46] R. raj purohit Purushottam Raj Purohit et al., « Estimating single-crystal elastic constants of polycrystalline β metastable titanium alloy: A Bayesian inference analysis based on high energy X-ray diffraction and micromechanical modeling », *Acta Materialia*, p. 116762, févr. 2021, doi: 10.1016/j.actamat.2021.116762.
- [47] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher, et M. Jahazi, « Analysis of sharp microtexture heterogeneities in a bimodal IMI 834 billet », *Acta Materialia*, 53 (2005) 3535–3543
- [48] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, A. Hazotte, P. Bocher, et M. Jahazi, « An automated method to analyze separately the microtextures of primary α p grains and the secondary α s inherited colonies in bimodal titanium alloys », *Materials Characterization*, vol. 54, no 3, p. 216-222, mars 2005, doi: 10.1016/j.matchar.2004.11.011.
- [49] M. Humbert, L. Germain, N. Gey, P. Bocher, et M. Jahazi, « Study of the variant selection in sharp textured regions of bimodal IMI 834 billet », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 430, no 1-2, p. 157-164, août 2006, doi: 10.1016/j.msea.2006.05.047.
- [50] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Vo, M. Jahazi, et P. Bocher, « Texture heterogeneities induced by subtransus processing of near α titanium alloys », *Acta Materialia*, 56 (2008) 4298–4308
- [51] N. Gey, P. Bocher, E. Uta, L. Germain, et M. Humbert, « Texture and microtexture variations in a near- α titanium forged disk of bimodal microstructure », *Acta Materialia*, vol. 60, no 6, p. 2647-2655, avr. 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2012.01.031.
- [52] M. R. Chini, L. Germain, N. Gey, S. Andrieu, et T. Duval, « Advanced Microtexture Analysis of A Ti 10-2-3 Product for Better Understanding of Local Variations in Mechanical Behavior », in *Proceedings of the 13th World Conference on Titanium*, 2016, p. 1943-1948. doi: 10.1002/9781119296126.ch325.
- [53] Z. Hu, D. Yi, H. Liu, X. Zhou, et H. Zhou, « New type of macrozone in a near- β titanium alloy Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe », *Materials Letters*, vol. 238, p. 6-9, mars 2019, doi: 10.1016/j.matlet.2018.11.135.

- [54] Z. Hu, X. Zhou, H. Liu, et D. Yi, « The formation of microtextured region during thermo-mechanical processing in a near- β titanium alloy Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 853, p. 156964, févr. 2021, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.156964.
- [55] E. Uta, N. Gey, P. Bocher, M. Humbert, et J. Gilgert, « Texture heterogeneities in α p / α s titanium forging analysed by EBSD-Relation to fatigue crack propagation », *Journal of Microscopy*, vol. 233, no 3, p. 451-459, mars 2009, doi: 10.1111/j.1365-2818.2009.03141.x.
- [56] L. Germain, Y. Samih, P. Delaleau, J. Gilgert, et N. Gey, « Analysis of Cold Dwell Fatigue Crack Initiation Site in a β -Forged Ti-6242 Disk in Relation with Local Texture », *Metals*, 2020. doi: 10.3390/met10070951
- [57] A. J. Wilkinson, G. Moldovan, T. B. Britton, A. Bewick, R. Clough, et A. I. Kirkland, « Direct Detection of Electron Backscatter Diffraction Patterns », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 111, no 6, p. 065506, août 2013, doi: 10.1103/PhysRevLett.111.065506.
- [58] G. Nolze, « Image distortions in SEM and their influences on EBSD measurements », *Ultramicroscopy*, vol. 107, no 2-3, p. 172-183, févr. 2007, doi: 10.1016/j.ultramic.2006.07.003.
- [59] A. J. Wilkinson, « A new method for determining small misorientations from electron back scatter diffraction patterns », *Scripta Materialia*, vol. 44, no 10, p. 2379-2385, mai 2001, doi: 10.1016/S1359-6462(01)00943-5.
- [60] I. Brough, P. S. Bate, et F. J. Humphreys, « Optimising the angular resolution of EBSD », *Materials Science and Technology*, vol. 22, no 11, p. 1279-1286, nov. 2006, doi: 10.1179/174328406X130902.
- [61] F. J. Humphreys, Y. Huang, I. Brough, et C. Harris, « Electron backscatter diffraction of grain and subgrain structures — resolution considerations », *Journal of Microscopy*, vol. 195, no 3, p. 212-216, 1999, doi: <https://doi.org/10.1046/j.1365-2818.1999.00579.x>.
- [62] C. Maurice et R. Fortunier, « A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns », *J Microsc*, vol. 230, no 3, p. 520-529, juin 2008, doi: 10.1111/j.1365-2818.2008.02045.x.
- [63] K. Thomsen, N. H. Schmidt, A. Bewick, K. Larsen, et J. Goulden, « Improving the Accuracy of Orientation Measurements using EBSD », *Microsc Microanal*, vol. 19, no S2, p. 724-725, août 2013, doi: 10.1017/S1431927613005618.
- [64] M. Ben Saada, « Étude du comportement visco-plastique du dioxyde d'uranium : quantification par analyse EBSD et ECCI des effets liés aux conditions de sollicitation et à la microstructure initiale », *These de doctorat, Université de Lorraine*, 2017. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2017LORR0270>
- [65] M. Ben Saada, N. Gey, B. Beausir, X. Iltis, H. Mansour, et N. Maloufi, « Sub-boundaries induced by dislocational creep in uranium dioxide analyzed by advanced diffraction and channeling electron microscopy », *Materials Characterization*, vol. 133, p. 112-121, nov. 2017, doi: 10.1016/j.matchar.2017.09.023.
- [66] X. Iltis, M. Ben Saada, H. Mansour, N. Gey, A. Hazotte, et N. Maloufi, « A new characterization approach for studying relationships between microstructure and creep damage mechanisms of uranium dioxide », *Journal of Nuclear Materials*, vol. 474, p. 1-7, juin 2016, doi: 10.1016/j.jnucmat.2016.02.027.

- [67] M. Ben Saada et al., « Influence of strain conditions on the grain sub-structuration in crept uranium dioxide pellets », *Journal of Nuclear Materials*, vol. 518, p. 265-273, mai 2019, doi: 10.1016/j.jnucmat.2019.02.052.
- [68] M. B. Saada, X. Iltis, N. Gey, A. Miard, P. Garcia, et N. Maloufi, « Influence of intra-granular void distribution on the grain sub-structure of UO₂ pellets after high temperature compression tests », *Journal of Nuclear Materials*, vol. 545, p. 152632, mars 2021, doi: 10.1016/j.jnucmat.2020.152632.
- [69] J. Genée, N. Gey, F. Bonnet, R. A. Lebensohn, et S. Berbenni, « Experimental and numerical investigation of key microstructural features influencing the localization of plastic deformation in Fe-TiB₂ metal matrix composite », *J Mater Sci*, avr. 2021, doi: 10.1007/s10853-021-06017-7.
- [70] R. A. Lebensohn, A. K. Kanjarla, et P. Eisenlohr, « An elasto-viscoplastic formulation based on fast Fourier transforms for the prediction of micromechanical fields in polycrystalline materials », *International Journal of Plasticity*, vol. 32-33, p. 59-69, mai 2012, doi: 10.1016/j.ijplas.2011.12.005.
- [71] S. Berbenni, V. Taupin, et R. A. Lebensohn, « A fast Fourier transform-based mesoscale field dislocation mechanics study of grain size effects and reversible plasticity in polycrystals », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 135, p. 103808, févr. 2020, doi: 10.1016/j.jmps.2019.103808.
- [72] J. Genée, S. Berbenni, N. Gey, R. A. Lebensohn, et F. Bonnet, « Particle interspacing effects on the mechanical behavior of a Fe-TiB₂ metal matrix composite using FFT-based mesoscopic field dislocation mechanics », *Adv. Model. and Simul. in Eng. Sci.*, vol. 7, no 1, p. 6, déc. 2020, doi: 10.1186/s40323-020-0141-z.
- [73] C. J. Humphreys, « The scattering of fast electrons by crystals », *Rep. Prog. Phys.*, vol. 42, no 11, p. 1825-1887, nov. 1979, doi: 10.1088/0034-4885/42/11/002.
- [74] A. Winkelmann, C. Trager-Cowan, F. Sweeney, A. P. Day, et P. Parbrook, « Many-beam dynamical simulation of electron backscatter diffraction patterns », *Ultramicroscopy*, vol. 107, no 4-5, p. 414-421, avr. 2007, doi: 10.1016/j.ultramic.2006.10.006.
- [75] A. Winkelmann, « Dynamical effects of anisotropic inelastic scattering in electron backscatter diffraction », *Ultramicroscopy*, vol. 108, no 12, p. 1546-1550, nov. 2008, doi: 10.1016/j.ultramic.2008.05.002.
- [76] C. Maurice, K. Dzieciol, et R. Fortunier, « A method for accurate localisation of EBSD pattern centres », *Ultramicroscopy*, vol. 111, no 2, p. 140-148, janv. 2011, doi: 10.1016/j.ultramic.2010.10.007.
- [77] P. G. Callahan et M. D. Graef, « Dynamical Electron Backscatter Diffraction Patterns. Part I: Pattern Simulations », *Microscopy and Microanalysis*, vol. 19, no 5, p. 1255-1265, oct. 2013, doi: 10.1017/S1431927613001840.
- [78] M. A. Jackson, E. Pascal, et M. De Graef, « Dictionary Indexing of Electron Back-Scatter Diffraction Patterns: a Hands-On Tutorial », *Integr Mater Manuf Innov*, vol. 8, no 2, p. 226-246, juin 2019, doi: 10.1007/s40192-019-00137-4.
- [79] W. C. Lenthe, S. Singh, et M. D. Graef, « A spherical harmonic transform approach to the indexing of electron back-scattered diffraction patterns », *Ultramicroscopy*, vol. 207, p. 112841, déc. 2019, doi: 10.1016/j.ultramic.2019.112841.
- [80] L. Morales-Rivas, F. Ram, D. Spriestersbach, J. Sippel, M. De Graef, et E. Kerscher, « Fine granular area linked to very high cycle fatigue in martensitic and bainitic steels:

- Characterization by means of EBSD-dictionary indexing », *Scripta Materialia*, vol. 194, p. 113644, mars 2021, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.113644.
- [81] S. Singh, Y. Guo, B. Winiarski, T. L. Burnett, P. J. Withers, et M. De Graef, « High resolution low kV EBSD of heavily deformed and nanocrystalline Aluminium by dictionary-based indexing », *Sci Rep*, vol. 8, no 1, p. 10991, déc. 2018, doi: 10.1038/s41598-018-29315-8.
- [82] G. Nolze et A. Winkelmann, « Exploring structural similarities between crystal phases using EBSD pattern comparison: Exploring structural similarities between crystal phases... », *Crystal Research and Technology*, vol. 49, no 7, p. 490-501, juill. 2014, doi: 10.1002/crat.201400091.
- [83] F. Ram et M. De Graef, « Phase differentiation by electron backscatter diffraction using the dictionary indexing approach », *Acta Materialia*, vol. 144, p. 352-364, févr. 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2017.10.069.
- [84] T. Tanaka, N. Maruyama, N. Nakamura, et A. J. Wilkinson, « Tetragonality of Fe-C martensite – a pattern matching electron backscatter diffraction analysis compared to X-ray diffraction », *Acta Materialia*, vol. 195, p. 728-738, août 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2020.06.017.
- [85] A. Winkelmann, B. M. Jablon, V. Tong, C. Cowan, et K. Mingard, « Improving EBSD precision by orientation refinement with full pattern matching », *Journal of Microscopy*, Vol. 277, Issue2 2020, Pages 79-92, doi: 10.1111/jmi.12870.
- [86] G. Nolze, M. Jürgens, J. Olbricht, et A. Winkelmann, « Improving the precision of orientation measurements from technical materials via EBSD pattern matching », *Acta Materialia*, vol. 159, p. 408-415, oct. 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2018.08.028.
- [87] T. Tanaka et A. J. Wilkinson, « Pattern matching analysis of electron backscatter diffraction patterns for pattern centre, crystal orientation and absolute elastic strain determination – accuracy and precision assessment », *Ultramicroscopy*, vol. 202, p. 87-99, juill. 2019, doi: 10.1016/j.ultramic.2019.04.006.
- [88] A. J. Wilkinson, G. Meaden, et D. J. Dingley, « High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity », *Ultramicroscopy*, vol. 106, no 4-5, p. 307-313, mars 2006, doi: 10.1016/j.ultramic.2005.10.001.
- [89] C. Maurice, J. H. Driver, et R. Fortunier, « On solving the orientation gradient dependency of high angular resolution EBSD », *Ultramicroscopy*, vol. 113, p. 171-181, févr. 2012, doi: 10.1016/j.ultramic.2011.10.013.
- [90] W. C. Lenthe, L. Germain, M. R. Chini, N. Gey, et M. De Graef, « Spherical indexing of overlap EBSD patterns for orientation-related phases – Application to titanium », *Acta Materialia*, vol. 188, p. 579-590, avr. 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2020.02.025.
- [91] S. Vespucci et al., « Digital direct electron imaging of energy-filtered electron backscatter diffraction patterns », *Phys. Rev. B*, vol. 92, no 20, p. 205301, nov. 2015, doi: 10.1103/PhysRevB.92.205301.
- [92] F. Wang et al., « Electron backscattered diffraction using a new monolithic direct detector: High resolution and fast acquisition », *Ultramicroscopy*, vol. 220, p. 113160, janv. 2021, doi: 10.1016/j.ultramic.2020.113160.

- [93] J. Gola et al., « Objective microstructure classification by support vector machine (SVM) using a combination of morphological parameters and textural features for low carbon steels », *Computational Materials Science*, vol. 160, p. 186-196, avr. 2019, doi: 10.1016/j.commatsci.2019.01.006.
- [94] K. Tsutsui, H. Terasaki, T. Maemura, K. Hayashi, K. Moriguchi, et S. Morito, « Microstructural diagram for steel based on crystallography with machine learning », *Computational Materials Science*, vol. 159, p. 403-411, mars 2019, doi: 10.1016/j.commatsci.2018.12.003.
- [95] S. M. Azimi, D. Britz, M. Engstler, M. Fritz, et F. Mücklich, « Advanced Steel Microstructural Classification by Deep Learning Methods », *Sci Rep*, vol. 8, no 1, p. 2128, déc. 2018, doi: 10.1038/s41598-018-20037-5.
- [96] K. Kaufmann, C. Zhu, A. S. Rosengarten, et K. S. Vecchio, « Deep Neural Network Enabled Space Group Identification in EBSD », *Microsc Microanal*, vol. 26, no 3, p. 447-457, juin 2020, doi: 10.1017/S1431927620001506.
- [97] T. P. McAuliffe, « Spherical-angular dark field imaging and sensitive microstructural phase clustering with unsupervised machine learning », p. 11, 2020.
- [98] E. A. Holm et al., « Overview: Computer Vision and Machine Learning for Microstructural Characterization and Analysis », *Metall Mater Trans A*, vol. 51, no 12, p. 5985-5999, déc. 2020, doi: 10.1007/s11661-020-06008-4.
- [99] K. Kaufmann et al., « Crystal symmetry determination in electron diffraction using machine learning », *Science*, vol. 367, no 6477, p. 564-568, janv. 2020, doi: 10.1126/science.aay3062.

Table des matières

INTRODUCTION -----	2-1
II.1 METHODE GLOBALE POUR LA RESTITUTION DES TEXTURES PARENTES A PARTIR DES TEXTURES HERITEES -----	2-3
II.1.1 Principe de la méthode -----	2-3
II.1.2 Validation et exemples d'application -----	2-5
Cas 1: Transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ dans les alliages de Titane -----	2-5
Cas 2: Transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ du Zircaloy 4 -----	2-7
II.2 METHODOLOGIE POUR LA RESTITUTION DES MICROTEXTURES PARENTES A PARTIR DES MICROTEXTURES HERITEES -----	2-9
II.2.1 Principe de la détermination de l'orientation d'un grain parent -----	2-11
II.2.2 Approche locale de restitution de la microtexture parente : -----	2-15
II.2.2.1 Les trois étapes principales de la reconstruction dans MERENGUE -----	2-15
II.2.2.2 La spécificité des transformations de phases dans les aciers -----	2-19
II.2.2.3 Récents développements pour améliorer la reconstruction -----	2-21
II.3 APPLICATION A L'ETUDE DE LA TRANSFORMATION BAINITIQUE LORS DE TRAITEMENTS ISOTHERMES PROLONGES : PHENOMENE DE GRANULARISATION -----	2-26
II.3.1 Contexte de l'étude : -----	2-26
II.3.2 Caractérisation des produits de transformation par EBSD -----	2-26
II.3.3 Principaux résultats : évolution des microstructures lors d'un maintien prolongé -----	2-29
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES -----	2-30
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES -----	2-32

Chapitre II.

Différentes méthodologies pour évaluer les textures et microtextures des phases parentes à haute température avant transformation de phase avec relation d'orientation

Introduction

Un produit métallurgique subit au cours de son élaboration, différents traitements thermomécaniques, impliquant des déformations à haute température suivies de transformations de phases. Les microstructures et les textures des phases héritées à température ambiante vont directement influencer les propriétés d'emploi de ces produits. Aussi pour comprendre la formation de ces microstructures et maîtriser leur évolution aux cours des traitements thermomécaniques, il est souvent impératif de connaître l'évolution microstructurale de la phase parente ayant subi le traitement à chaud.

Cependant, pour les alliages pas ou faiblement alliés, il est impossible de tremper la phase haute température pour une observation à température ambiante. Quelques possibilités existent pour caractériser les microstructures et textures parentes directement à haute température. Cependant, cela requiert des équipements particuliers et avec des conditions de mise en œuvre souvent limitatives.

Dans ce contexte, nous avons décidé de développer des méthodes numériques pour accéder indirectement à cette information. Il s'agit de restituer les textures et les microtextures parentes à partir des textures/microtextures héritées par une transformation de phase avec relation d'orientation.

Cette thématique de recherche a été initiée dans le cadre de ma thèse de doctorat et s'est poursuivie tout au long de ma carrière. Il s'agit d'un véritable travail d'équipe mené avec Lionel Germain sous la direction de Michel Humbert. Ainsi différentes approches ont été développées permettant de calculer soit la texture ou/et la microtexture. Par ailleurs, ces approches ont été adaptées à différentes transformations de phases pour lesquelles ils existent une relation d'orientation entre de réseaux cristallins des phases impliquées. Avant de les appliquer à différents études « matériaux », nous avons toujours eu le souci de valider nos approches sur des configurations modèles.

Dans ce chapitre, je synthétise les deux principales méthodes que nous avons développées, d'une part la méthode globale qui consiste à restituer la texture parente à partir de la texture héritée et d'autre part, la méthode locale qui exploite la carte EBSD de la phase héritée. Pour chaque approche, je présente des exemples d'applications pour pointer son apport dans l'étude des modifications de microstructure par transformation de phase et dans l'analyse des mécanismes de sélection de variants associés. En conclusion, j'introduis les possibilités actuelles d'acquisition de données d'orientations directement à haute température, perspective que je souhaite inscrire dans mes travaux futurs. L'objectif est de profiter de la complémentarité des différentes approches, direct et indirecte pour l'étude des modifications de microstructure par transformation de phase.

II.1 Méthode globale pour la restitution des textures parentes à partir des textures héritées

Nos travaux [1] [2] montrent qu'il est possible de déterminer la texture parente par une déconvolution de la texture héritée si les conditions suivantes sont respectées :

- ✚ les deux textures sont corrélées par une relation d'orientation, il n'y a pas (ou peu) de sélection de variantes dans la transformation de phase,
- ✚ la symétrie de la texture héritée soit inférieure ou égale à celle de la texture parente.

Cette méthodologie a particulièrement été développée et mise en œuvre pour les transformations présentant un changement de réseaux de type :

cc → hc (exemple d'application aux alliages de titane et de zirconium) et

cfc → cc (exemple d'application aux aciers).

II.1.1 Principe de la méthode

Avant de détailler la méthodologie mise en œuvre, il est nécessaire de faire quelques rappels concernant le formalisme que nous utilisons pour décrire les textures cristallographiques. En fait, déterminer une texture consiste à calculer la fonction de texture notée $f(g)$. Il s'agit d'une fonction statistique qui définit la fraction de volume des cristallites ayant une orientation comprise entre g et $g+dg$, sans tenir compte de leur localisation spatiale. $f(g)$ peut être développée en série sur la base de fonctions harmoniques sphériques généralisées d'après le formalisme de Bunge (avec C : les coefficients du développement en série) [3] (eq. II.1).

$$f(g) = \frac{1}{V} \frac{dv(g)}{dg}$$

$$f(g) = \sum_{l=0}^{l_{max}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} \ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) \quad \text{Eq. II.1}$$

Dans le cas d'une transformation de phase caractérisée par une relation d'orientation entre les réseaux des phases parentes et héritées (noté Δg_0), la fonction de texture $f_2(g)$ de la phase héritée peut être reliée à la fonction de texture de la phase parente $f_1(g)$. Pour une transformation sans sélection de variantes^{*1}, cette relation s'écrit :

$$f_2(g) = \int W(\Delta g) \cdot f_1(\Delta g^{-1} \cdot g) \cdot d\Delta g \quad \text{Eq. II.2}$$

Avec $W(\Delta g)$: la fonction de transformation des orientations décrivant la relation d'orientation Δg_0

¹ En cas de sélection de variantes : $f_2(g_2) = \oint W(g_2 \cdot g_1^{-1}) v(g_1) \cdot f_1(g_1) dg_1$
Avec $v(g)$: la fonction de sélection de variantes

Théoriquement, la fonction parente $f_1(g)$ peut être calculée à partir de la fonction de texture héritée $f_2(g)$ en inversant l'équation II.2.

En développant en séries chaque fonction (eq. II.3), on obtient un système d'équations linéaires entre les deux jeux de coefficients.

Eq. II.3

$$f_1(g) = \sum_{l'=0}^{l'_{\max} M(l') N(l')} \sum_{\mu'=1}^{\mu'_{\max}} \sum_{\nu'=1}^{\nu'_{\max}} C_l^{\mu'\nu'}(1) T_{l'}^{\mu'\nu'}(g)$$

$$f_2(g) = \sum_{l=0}^{l_{\max} M(l) N(l)} \sum_{\mu=1}^{\mu_{\max}} \sum_{\nu=1}^{\nu_{\max}} C_l^{\mu\nu}(2) T_l^{\mu\nu}(g)$$

$$W(g) = \sum_{l'=0}^{l'_{\max} M(l') N(l')} \sum_{\mu'=1}^{\mu'_{\max}} \sum_{\nu'=1}^{\nu'_{\max}} W_{l'}^{\mu'\nu'}(\Delta g_0) T_{l'}^{\mu'\nu'}(g)$$

$$C_l^{\mu\nu}(2) = \frac{1}{2l+1} \sum_{\mu'=1}^{M(l)} W_l^{\mu\mu'}(\Delta g_0) C_l^{\mu'\nu}(1) \quad \text{Eq. II.4}$$

Si la symétrie de la texture héritée soit inférieure ou égale à celle de la texture parente, il est possible d'inverser ce système pour en déduire la fonction parente $f_1(g)$.

Cependant, le problème est un peu plus compliqué. En effet, dans la pratique, la fonction de texture expérimentale de la phase héritée (déterminée soit à partir de figures de pôles obtenues par diffraction de rayons X, soit à partir d'orientations individuelles mesurées en EBSD) ne correspond pas strictement à la transformation de la texture parente. Il faut en effet tenir compte des erreurs expérimentales mais également de la dispersion autour de la relation d'orientation et/ou de mécanismes de sélection de variants induits par les conditions de transformation.

Ainsi pour palier à ces aspects, la fonction parente a d'abord été calculée en minimisant :

$$G = \int [f_2(g) - f_2^{\text{exp}}(g)]^2 dg = \int \left[\int W(\Delta g) \cdot f_1(\Delta g^{-1} \cdot g) \cdot d\Delta g - f_2^{\text{exp}}(g) \right]^2 dg \quad \text{Eq. II.5}$$

En développant à nouveau en séries chaque fonction (eq. II.3) et en imposant G minimum, on obtient un système d'équations linéaires entre les deux jeux de coefficients. Connaissant les coefficients de la fonction héritée, on en déduit donc les coefficients de la fonction parente.

$$G = \sum_{l=0}^{l_{\max} M(l) N(l)} \sum_{\mu=1}^{\mu_{\max}} \sum_{\nu=1}^{\nu_{\max}} \frac{1}{2l+1} \left[\sum_{\mu'=1}^{M(l)} \frac{1}{2l+1} W_l^{\mu\mu'}(\Delta g_0) \cdot C_l^{\mu'\nu}(1) - C_l^{\mu\nu \text{exp}}(2) \right]^2 \quad \text{Eq. II.6}$$

En l'absence de sélection de variants, cette approche permet d'obtenir la fonction de texture de la phase parente directement à partir de la fonction de texture de la phase héritée. Cependant, en cas de sélection de variants ou d'erreurs expérimentales importantes dans la détermination de la texture héritée, la texture parente calculée présente de fortes valeurs négatives et des pics parasites.

Nous avons montré que même dans ce cas, des informations qualitatives peuvent être obtenues sur la texture parente en introduisant la fonction de corrélation appelée $R(g)$. Cette fonction correspond à une borne supérieure de la fonction de texture parent et permet de dégager ses composantes majoritaires [1]. Par ailleurs, les coefficients de la texture de transformation doivent respecter certaines relations lorsque la texture est héritée sans sélection de variants. Nous avons proposé des indices, construits sur l'écart à ces relations, pour quantifier la sévérité de la sélection de variants dans la texture de transformation.

Enfin, pour réduire la sensibilité de la méthode de calcul, aux erreurs expérimentales, Michel Humbert a proposé une nouvelle procédure de calcul. Elle consiste à chercher la solution parente à l'aide d'un algorithme non linéaire, en imposant la positivité de la solution recherchée ($f_1(g) \geq 0$) [4] [5].

II.1.2 Validation et exemples d'application

Ces méthodes de restitution de la texture parente ont été très largement validées et appliquées à diverses études dans les années 2000. Nous avons en premier lieu testé ces méthodes à partir de textures simulées [4]. Dans une deuxième étape, ces méthodes ont été appliquées et validées sur un acier HSLA (High Strength Low Alloy) présentant suffisamment d'austénite résiduelle à température ambiante pour comparaison à la restitution indirecte [5] et sur l'alliage de titane β cez métastables permettant, en fonction de la vitesse de refroidissement, de figer la texture haute température ou de solliciter la transformation de phase [2]. L'ensemble des résultats obtenus met clairement en évidence que ces méthodes permettent de reconstituer avec fiabilité les textures parentes à haute température.

Différentes études ont ensuite appliqué ces méthodes d'évaluation des textures parentes à haute température. Dans cette partie, je détaille en particulier les travaux que j'ai conduit pour étudier l'influence de l'état métallurgique des alliages de titane et de zirconium sur la modification de texture lors de la transformation de phase $\alpha \rightarrow \beta$ au chauffage puis $\beta \rightarrow \alpha$ au refroidissement.

Cas 1: Transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ dans les alliages de Titane [6] [7] [8] :

Une première étude a porté sur l'influence de la proportion de phase α/β en présence avant le cycle thermique sur la formation de la texture β haute température [6]. Cette dernière a systématiquement été reconstruite à partir de la texture α héritée à température ambiante après le cycle thermique. Les résultats montrent que la fraction volumique de phase β influence très fortement le mécanisme de transformation et par conséquent la texture β obtenue à haute température. En effet, l'étude réalisée sur une tôle Ti-6Al-4V présentant moins de 5% de phase β résiduelle a permis de montrer que la texture à haute température ne s'explique que par un mécanisme de croissance des grains β présents dans la matrice α . Ce résultat a pu être obtenu à l'aide d'une tôle de Ti-6Al-4V dans un état métallurgique particulier. En effet, le traitement thermomécanique réalisé a permis de « casser » les RO entre les deux phases afin de distinguer à l'aide du traçage de la texture, le mécanisme dominant la formation de la texture β à haute température : grossissement des germes de phase β résiduelle ou transformation de la phase α avec RO. Cet état a été obtenu à partir d'une tôle de Ti-6Al-4V de 4,5 mm d'épaisseur, laminée à chaud à 980°C et réduite à 1 mm par différentes séquences de laminage à froid et de recuit à 720°C pendant 1 heure. La

microstructure résultante était principalement caractérisée par des grains α équiaxes d'environ $10\mu\text{m}$ avec les grains β d'environ $1\mu\text{m}$ principalement situés aux joints de grains α .

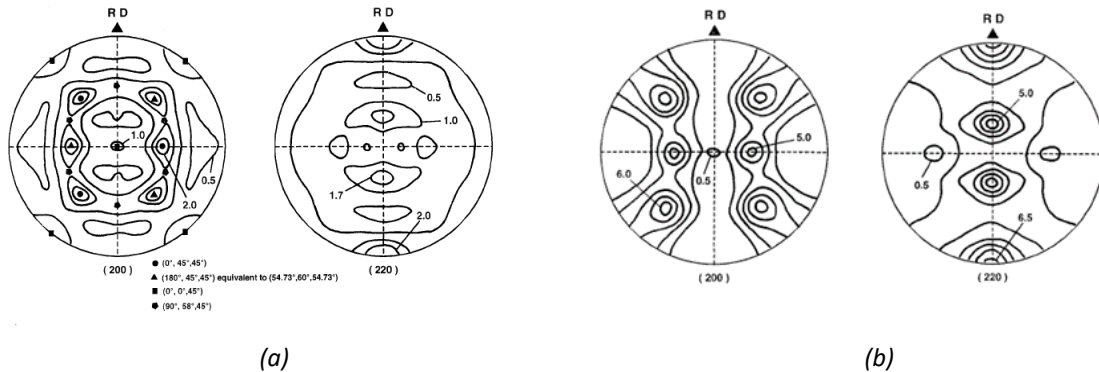


Figure 2-1 : (a) Texture de la phase β résiduelle avant le cycle thermique (mesurée par DRX), (b) Texture β haute température reconstruite par méthode indirecte à partir de la texture α après le cycle thermique (mesurée par DRX). Les textures sont représentées à l'aide des FP_s $\{200\}_\beta$ et $\{220\}_\beta$.

Parallèlement, une autre campagne d'essais a été réalisée. Elle consiste à étudier l'effet d'une forte déformation à froid du matériau sur la séquence de transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ [7]. Pour l'instant, uniquement les alliages de type α ont été étudiés, pour une déformation à froid par laminage en sens long. Les résultats obtenus sur un alliage de titane α montrent que la texture de transformation se renforce de façon importante avec le taux de déformation à froid de la phase α .

Les méthodes de restitution de la texture parente ont révélé une texture β haute température très marquée, concentrée autour des composantes $\{112\}/\{11-2\}\langle 111 \rangle$ et $\{100\}\langle 100 \rangle$. Par ailleurs, le calcul d'indices de sélection de variants dans la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ montrent que le renforcement de la texture α héritée est lié à une forte sélection de variantes au cours du refroidissement.

Même si des études complémentaires seraient encore nécessaires, nous avons pu mieux comprendre les mécanismes actifs lors de la transformation au chauffage. L'expérience montre en effet que le matériau recrystallise lors de la montée en température (même pour une vitesse de chauffage rapide). Ainsi, la déformation appliquée à froid va directement modifier la microstructure et la texture de recrystallisation qui précèdent la transformation de phase. Une interprétation plausible des modifications de microstructure et de texture associées à la transformation au chauffage est une transformation préférentielle de certains grains α recrystallisés d'orientations spécifiques, suivie d'une forte croissance des grains β formés.

On peut souligner que des travaux récents exploitent les mécanismes de la transformation de phase actifs lors d'un cycle thermique rapide (voire d'une déformation contrôlée de la phase α avant transformation de phase) pour générer des microstructures β haute température à petits grains dans des pièces issues de la fabrication additive [9] [10] [11]. Concernant les modifications de texture au refroidissement, la présence d'une sélection de variants a été confirmé par l'analyse de cartographies d'orientations obtenues par la technique EBSD. Ce type de texture correspond à une distribution topographique des grains β très spécifique qui favorise entre deux grains β voisins, la germination et la croissance de variants d'orientations proches. La texture β prononcée et cette sélection de variantes dans

la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ expliquent la formation d'une texture particulièrement intense après transformation.

Cas 2: Transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ du Zircaloy 4 [12] [13] [14] :

Les travaux réalisés sur la transformation de texture du titane ont eu un écho très favorable dans le cadre d'une étude engagée par le SRMA-CEA sur le zircaloy-4. Ce matériau utilisé pour le gainage des éléments combustibles des réacteurs à Eau Pressurisée, peut subir en cas de défaillance du système de refroidissement, une élévation importante de température et de pression. Par conséquent, les tubes de gainage subissent une transformation de phase sous contrainte et leurs caractéristiques métallurgiques sont fortement modifiées. Pour étudier les modifications de textures induites par cette transformation de phase sous contrainte, un projet de recherche a été décidé. Il s'agit d'une collaboration tripartite entre le LEM3 (ex.LETAM), l'IJL (ex. LSG2M avec E. Gautier - Ecole des mines de Nancy) et le SRMA-CEA (avec JC Brachet et JL Béchade).

Les premiers travaux ont été réalisés dans le cadre du stage 'ingénieur' de 6 mois d'Alexandre Cerqueira [mai à novembre 2000]. Ils ont permis d'étudier le comportement mécanique du Zy4 lors de transformations de phases anisothermes $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ avec et sans application de charge (au chauffage puis au refroidissement) et de caractériser les modifications de texture associées [12]. Ensuite, des études complémentaires ont été menées au laboratoire, pour caractériser plus finement la formation des variantes α grain par grain, en exploitant de façon spécifique les cartographies d'orientations obtenues par EBSD. Par ailleurs, des efforts ont été réalisés pour modéliser la sélection de variantes observée expérimentalement. En particulier, l'effet possible de l'anisotropie élastique du matériau sur la sélection de variantes a été étudié [13] [14]. Les principaux résultats publiés sont résumés ci-dessous.

Transformation de phase avec et sans contrainte au chauffage et refroidit

Les échantillons traités dans le domaine β sans charge conduisent à une texture α héritée de la double transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$, très marquée avec une composante de fibre principale de type $\langle 11.0 \rangle // DA$ ainsi qu'une composante de fibre secondaire caractérisée par un ensemble de cristallites ayant les axes \bar{c} à 30° de DA.

L'application d'une charge (de 1,2 à 8,2 MPa) au chauffage conduit à l'apparition d'une déformation de plasticité de transformation (Figure 2-2). Pour les charges supérieures à 4MPa, la plasticité de transformation est suivie d'une déformation par fluage de la phase β . La morphologie et la taille des platelets α formés lors du refroidissement sont similaires à celles observées pour une transformation se produisant sans charge appliquée.

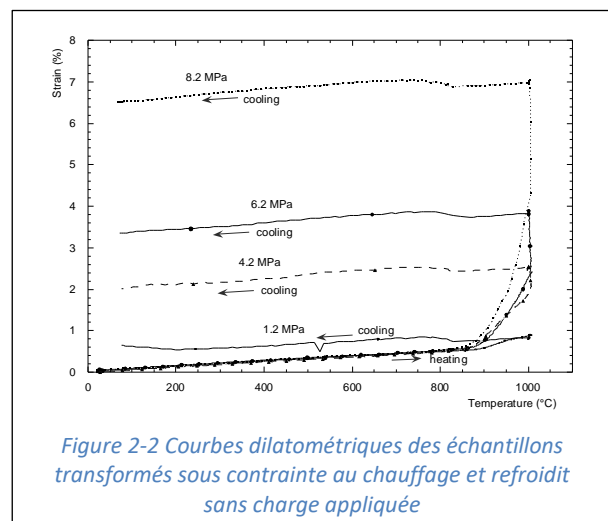


Figure 2-2 Courbes dilatométriques des échantillons transformés sous contrainte au chauffage et refroidit sans charge appliquée

La texture α héritée se caractérise toujours par une composante de fibre principale de type [11.0] parallèle à la direction axiale (DA). Cependant, l'acuité de la texture diminue avec l'augmentation de la charge appliquée au chauffage.

Pour une charge de 1,2 à 8,8 MPa appliquée au refroidissement, on obtient une texture α héritée caractérisée par les mêmes composantes de fibres que celles décrites précédemment pour l'application d'une charge au chauffage, avec la même morphologie de grain. Cependant, on note que l'application de la charge au cours du refroidissement réduit encore l'acuité de la texture α héritée par rapport aux essais avec application de la charge au chauffage. Il faut rappeler que la mise sous charge, dans ce cas, est effectuée lors du maintien prolongé en β . Sur les courbes dilatométriques, on observe un fluage important de la phase β avant transformation en α . Ainsi, la texture très peu marquée résulte de la transformation de phase $\alpha \rightarrow \beta$ au chauffage, d'une déformation de la phase β par fluage suivie de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ sous contrainte. En plus d'une déformation de la phase β par fluage, les courbes dilatométriques mettent également en évidence une déformation de plasticité de transformation au refroidissement.

Caractérisation des textures β à haute température :

Les modifications de texture de la phase α observées pour les différents essais réalisés, ne sont pas explicables par la double transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ respectant les relations de Burgers sans sélection de variantes, surtout pour l'essai sans charge appliquée. Pour poursuivre l'analyse, il était impératif d'obtenir des informations concernant les textures intermédiaires de la phase β à haute température.

A nouveau, ces textures ont été évaluées à l'aide des méthodes globales. L'analyse des indices de sélection de variantes associés à ces méthodes, confirme un mécanisme de transformation préférentielle de certaines variantes au refroidissement. Ce mécanisme est très marqué lors d'une transformation sans charge appliquée et se réduit avec l'application d'une contrainte au chauffage et au refroidissement.

Les résultats ont montré que la texture β calculée pour l'essai sans charge appliquée au chauffage est très marquée. Elle est essentiellement composée d'une fibre principale $\langle 111 \rangle // DA$. L'augmentation de la charge appliquée lors de la transformation au chauffage a pour effet de réduire légèrement l'acuité de la texture β haute température, tout en conservant les mêmes composantes de fibre (Figure 2-3).

Analyse de la transformation au chauffage :

Les orientations de la texture α initiale pouvant donner naissance aux orientations β calculées indirectement, se regroupent essentiellement le long de la fibre $\langle 11.0 \rangle // DA$. Ce résultat permet d'avancer l'hypothèse d'une transformation préférentielle au chauffage, des grains α appartenant à la fibre $\langle 11.0 \rangle // DA$. On peut remarquer que des conclusions similaires ont été obtenues pour le titane. La fibre $\langle 11.0 \rangle // DA$ est connue comme une composante de texture qui se marque lors des étapes de recristallisation secondaire.

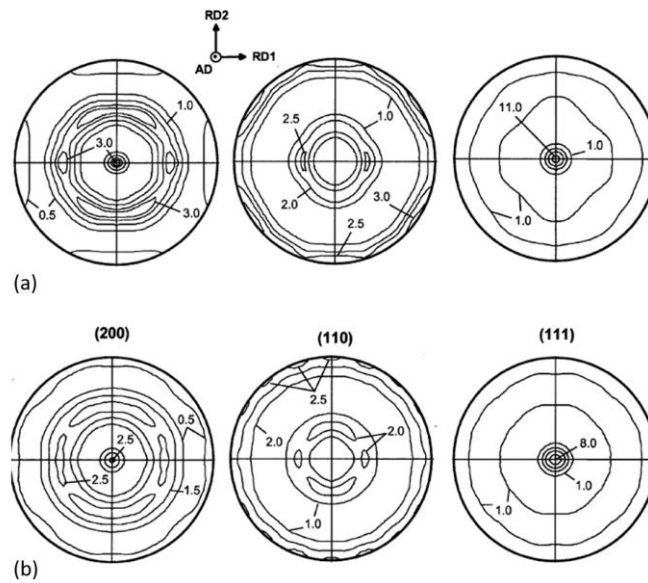


Figure 2-3 : Figures de pôles (100)/(110)/(111) de la phase β haute température (a) sans charge appliquée lors du cycle thermique, (b) avec une charge de 8.2MPa au refroidissement

Analyse de la transformation au refroidissement :

L'analyse des indices de sélection associés à la méthode globale de restitution a permis de mettre en évidence un mécanisme de sélection de variantes dans la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ au refroidissement. Ce mécanisme est très marqué lors d'une transformation sans charge appliquée et se réduit avec l'application d'une contrainte au chauffage et au refroidissement. Une analyse plus détaillée par EBSD a montré que les variantes favorisées sont celles appartenant à la fibre $\langle 11.0 \rangle // DA$. Ce mécanisme a pu être modéliser en prenant en compte dans les modèles de transformation de texture, l'anisotropie élastique de l'alliage.

II.2 Méthodologie pour la restitution des microtextures parentes à partir des microtextures héritées

En parallèle des travaux concernant la restitution des textures, nous avons développé des méthodes numériques permettant de restituer la microtexture parente (c'est-à-dire la microstructure + l'orientation des grains). Le principe de ces méthodes s'appuie sur (1) l'exploitation d'une cartographie d'orientation de la phase héritée pour identifier les variants cristallographiques issus du même grain parent et (2) le calcul de l'orientation du grain parent en exploitant la relation d'orientation qui lie les deux phases.

Notre équipe de recherche sous la direction de Michel Humbert a été à l'origine des premiers travaux publiés dans ce domaine. Le principe de base du calcul de l'orientation parente a été publié par Michel Humbert en 1994 [15] [16] et a été appliqué en premier lieu aux

transformations de phase respectant la relation de Burgers [17]. L'étape suivante a été d'appliquer cette approche à des cartes EBSD pour identifier de façon automatisée les contours des ex-grains parents et leurs orientations à partir des informations cristallographiques et topologiques de la microtexture héritée. C'est une approche que j'ai proposée en 2002 et 2003 avec les premières reconstructions automatiques [7] [18].

Nous avons ensuite régulièrement amélioré notre méthode avec des adaptations à différentes transformations de phases pour une meilleure compréhension des microstructures et microtextures héritées par transformation de phase. On peut citer les travaux réalisés dans le cadre de la thèse de Lionel Germain [19] [20] [21] puis de Pierre Blaineau dont j'ai assuré les co-directions avec Michel Humbert. Les derniers développements, initiés dans la thèse de Pierre Blaineau, ont eu pour objectif d'adapter la méthodologie à la transformation austénitique → martensite/bainite des aciers [22] [23] [24]. Cette transformation présente certaines particularités qui compliquent la reconstruction : existence de plusieurs relations d'orientations proches, présence de fortes dispersions d'orientations au sein des variants, beaucoup de mise en commun de variants proche à deux grains parents ou entre le grain et ses macles. De nombreux développements ont été proposés pour améliorer les reconstructions en prenant en compte ces particularités.

Depuis son arrivée au laboratoire sur un poste de Maître de Conférence, c'est Lionel Germain [Germain14a] qui porte ces travaux de recherche avec les développements les plus récents détaillés dans sa thèse d'habilitation. Lionel a intégré l'ensemble des développements dans le logiciel '[MERENGUE](#)' qui permet avec une grande convivialité et rapidité, l'analyse des microtextures de transformation de phase pour la reconstruction des microtextures parentes (<http://lionelgermain.free.fr/merengue2.htm>). C'est l'élève qui dépasse ses maîtres ☺ et j'en suis vraiment très heureuse.

Par ailleurs depuis nos travaux fondateurs, il y a eu un nombre impressionnant de contributions publiées dans la littérature qui offrent des approches complémentaires pour calculer l'orientation parente et/ou automatiser la procédure de reconstruction cristallographique de la phase parente [25] [26] [27] [28] [29] [30] [31] [32]. Aujourd'hui l'ensemble de ces travaux sont arrivés à maturité et sont progressivement intégrés sous forme de modules d'analyses des données EBSD dans les logiciels de post-traitement des données EBSD (MTEX [33], [EDAX OIM](#), [Oxford](#)).

Dans la suite, nous détaillons d'abord le principe du calcul de l'orientation parente puis la méthodologie mise en œuvre dans le logiciel MERENGUE pour automatiser la reconstruction d'une carte parente. Dans un deuxième temps, nous abordons les difficultés spécifiques des reconstructions dans le cas des aciers (les différentes RO reportées dans la littérature sont rappelées Tableau 2-1). Cela a motivé de récents développements pour optimiser les reconstructions. Enfin la dernière partie présente un exemple d'application tiré de la thèse de Meriem Ben Haj Slama que j'ai co-dirigée avec Sébastien Allain (Institut Jean Lamour).

OR	Parallele planes	Parallele directions	No. of variants
Bain	{1 0 0} _{efc} //{1 0 0} _{cc}	(1 0 0) _{efc} //(1 1 0) _{cc}	3
KS	{1 1 1} _{efc} //{1 1 0} _{cc}	(1 1 0) _{efc} //(1 1 1) _{cc}	24
NW	{1 1 1} _{efc} //{1 1 0} _{cc}	(2 1 1) _{efc} //(1 1 0) _{cc}	12
Greninger–Troiano (GT)	{1 1 1} _{efc} at 1° from {1 1 0} _{cc}	(2 1 1) _{efc} at 2.5° from (1 1 0) _{cc}	24
Kelly	{1 1 1} _{efc} ~//{1 1 0} _{cc}	(1 1 0) _{efc} at 1.5–3° from (1 1 1) _{cc}	24
Pitsch	{100} _{efc} //{1 1 0} _{cc}	(1 1 0) _{efc} //(1 1 1) _{cc}	12

Tableau 2-1 : Différentes relations d'orientations observées lors d'une transformation de phases displacive – Plans et directions de coïncidence avec le nombre de variants associés

II.2.1 : Principe de la détermination de l'orientation d'un grain parent

Le principe consiste à calculer l'orientation d'un grain parent à partir d'un nombre suffisant de variants hérités de ce même grain, connaissant la relation d'orientation (RO) qui lit les réseaux des deux phases.

Cas théorique : RO stricte

Théoriquement, chaque grain parent peut se transformer en un nombre limité de variants cristallographiques, dont on peut déterminer les orientations en considérant la RO et les éléments de symétries rotationnelles des phases parente et héritée (voir note 2.1 pour le formalisme mathématique). Inversement, chacun de ces variants peut théoriquement être issu d'un ensemble d'orientations parentes potentielles. En considérant plusieurs variants issus du même grain parent, il est possible de déduire l'orientation de ce dernier ; il s'agit de l'unique élément commun aux différents ensembles d'orientations parentes associés aux variants considérés (voir note 2.2).

Le nombre n de variants à prendre en compte pour trouver une solution unique dépend de la RO considérée. En considérant tous les variants potentiels hérités d'un même parent N et l'événement A « trouver une combinaison de n variants donnant une unique orientation parente commune », on peut calculer la probabilité $P_n(A)$ d'obtenir une orientation parente unique suivante :

$$P_n(A) = \frac{\text{nb de combinaisons de } n \text{ variants donnant un parent unique}}{C_N^n}$$

n		2	3	4	5	6	7
$P_n(A)$ [%]	Burgers	72.7	98.2	100	100	100	100
	KS (N=24)	69.6	93.5	99.2	99.9	99.997	100
	NW (N=12)	74.2	98.2	100	100	100	100

Tableau 2-2 : Probabilité d'avoir un parent unique en considérant n variants parmi l'ensemble des variants potentiels N pour différentes relations d'orientations.

Il est important de noter que l'orientation parente ne peut être calculée qu'à condition de considérer un nombre suffisant de variants permettant de garantir l'unicité de la solution parente. Pour les transformations mentionnées dans le Tableau 2-2, nous voyons à partir de 3/4 variants commun la probabilité de trouver un parent unique est proche de 100%.

Cas théorique avec une RO dispersée

Dans le cas d'une RO stricte, il existe un élément strictement commun aux différents ensembles de parents potentiels (note 2.2.b). Cependant, lorsque la RO se caractérise par une certaine dispersion (comme souvent observé expérimentalement), il n'existe plus d'élément strictement commun mais un ensemble de solutions proches (note 2.2.c). On recherche alors la solution parente en considérant un domaine d'orientations (avec une certaine ouverture angulaire ω_0 contenant les solutions parentes proches et issues de chacun des variants considérés.

Cependant la dispersion doit rester faible pour éviter de créer des recouvrements entre les orientations parentes potentielles issues des variants considérés. Dans le cas contraire, le calcul ne permettra plus de dégager une solution unique ou même, risque de retenir une solution parente erronée.

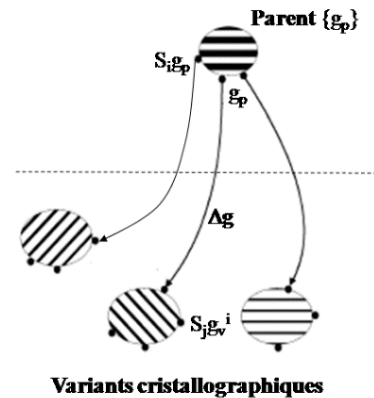
En fait, la tolérance angulaire ω_0 acceptable pour une recherche fiable du parent peut être évaluée à partir de la distance angulaire minimale θ entre les parents potentiels. Cette distance dépend de la RO considérée et peut atteindre les valeurs relativement faibles, proches de 5° pour des RO proches de GT.

Connaissant l'orientation d'un cristal parent, exprimée par la rotation g_p , on peut calculer l'orientation du $i^{\text{ème}}$ variant cristallographique, exprimée par la rotation g_v^i , par le produit des rotations suivants :

$$g_v^i = \Delta g \cdot S_i^p \cdot g_p$$

S_i^p : élément du groupe symétrie rotationnelle du cristal parent $\{S_i^p \ i = 1, \dots, n_p\}$

Δg : rotation exprimant la relation d'orientation mettant en coïncidence le repère du cristal parent et celui du cristal hérité.



En raison de la symétrie du réseau de la phase héritée $\{S_j^v \ j = 1, 2, \dots, n_v\}$ chaque variant i peut être décrit par un ensemble de rotations équivalentes par symétrie :

$$\{S_j^v \cdot g_v^i\} = \{S_j^v \cdot \Delta g \cdot S_i^p \cdot g_p\}_{j=1 \dots n_v}$$

Le schéma ci-contre illustre cette relation entre cristal parent et variants cristallographiques. Chaque ellipse représente alors une orientation décrite par différentes rotations équivalentes. Le nombre de variants hérités N est donné par le nombre d'éléments de symétrie rotationnelle de la phase parente (n_p) divisé par le nombre de relation de commutation entre les éléments de symétrie des phases parente et héritée [34]

Note 2.1 Formalisme mathématique pour le calcul de l'orientation des variants

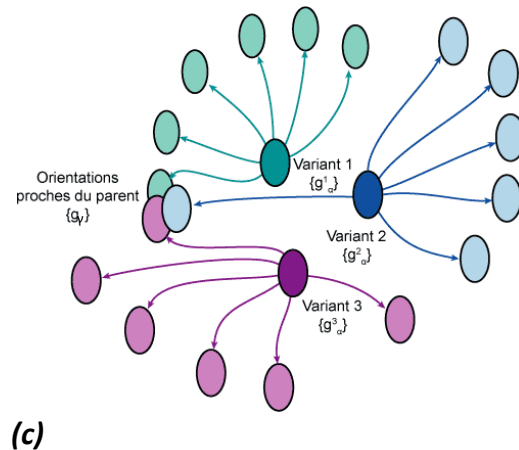
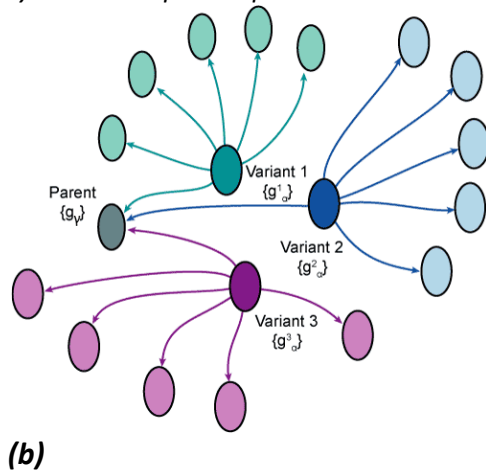
(a) Connaissant l'orientation d'un variant, exprimée par la rotation g_v , on peut calculer l'ensemble des orientations des parents potentiels, exprimé par les rotations :

$$\{g_p^i\} = \{\Delta g^{-1} \cdot S_i^v \cdot g_v\}_{i=1 \dots n_v}$$

Ou en considérant les rotations équivalentes :

$$\{S_p^j g_p^i\}_{j=1 \dots n_v}$$

Le nombre de parents potentiels N' est donné par le nombre d'éléments de symétrie rotationnelle de la phase héritée (n_v) divisé par le nombre de relation de commutation entre les éléments de symétrie des phases parente et héritée



(a) Formalisme mathématique, (b) cas d'une RO stricte, (c) cas d'une RO dispersée [36]

Cas réel avec des données d'orientations déduites d'une cartographie EBSD

Jusqu'à présent, nous avons introduit deux paramètres à prendre en compte dans la recherche de l'orientation parente : le nombre de variants minimum et la tolérance angulaire maximale.

Dans la pratique, les données d'orientations des variants hérités sont extraites de cartes d'orientations acquises par EBSD. Cela nous amène à prendre certaines spécificités additionnelles en compte.

D'une part, les données d'orientations peuvent contenir des erreurs d'indexation. Ces erreurs correspondent à une fraction surfacique faible par rapport à celle des variants mais peuvent être non négligeables en nombre par rapport aux nombres de variants disponibles.

D'autre part, différents domaines ayant chacun des orientations proches, peuvent ne pas être connexes sur la carte EBSD mais correspondre au même variant. Dans tous les cas, pour chaque variant, on ne dispose pas d'une orientation unique mais d'un ensemble d'orientations pouvant présenter une certaine dispersion. Il est donc important de regrouper l'ensemble des orientations correspondant à un même variant pour connaître le nombre de variants à disposition. Par ailleurs, il est raisonnable d'en déduire une orientation moyenne [37] et la fraction surfacique correspondante.

Enfin, dans la pratique, il est souvent difficile de délimiter sur la carte EBSD, les variants issues d'un même parent. Par conséquent, les données d'orientations utilisées peuvent uniquement être considérées comme majoritairement issus d'un même parent ; des variants issus de parents voisins pouvant être introduits par erreur.

Par conséquent, notre algorithme recherche l'orientation du grain parent en RO avec la majorité (en nombre ou en fraction surfacique) des variants sélectionnés (avec un minimum de X variants en nombre). Les variants qui ne sont pas en RO avec ce parent, sont rejetés et serviront à l'identification d'un autre contour parent. La figure suivante illustre cette procédure sur un acier bainitique. Ici le contour du grain parent est sélectionné manuellement.

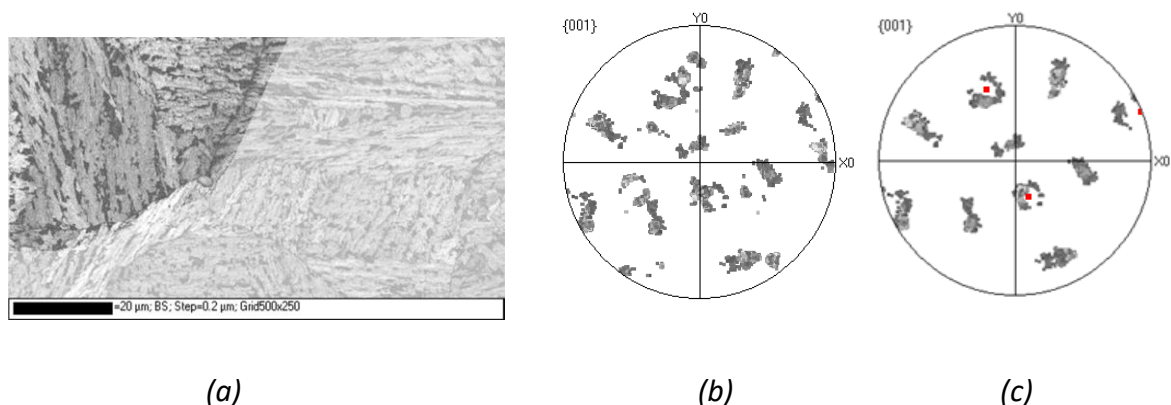


Figure 2-4 : Calcul de l'orientation parente γ majoritaire à partir d'un jeu d'orientations α fortement dispersées et issues de différents grains austénitiques parents (dont un majoritaire) (a) : Domaine sélectionné sur la carte EBSD, (b) Jeu d'orientations α utilisées pour le calcul de l'orientation γ , (c) Orientation γ majoritaire –en rouge– superposée au sous-groupe d'orientations α en relation d'orientation de type KS (avec une dispersion de 5°) avec l'orientation γ calculée.

II.2.2 Approche locale de restitution de la microtexture parente

Un deuxième volet de notre développement répond à un objectif plus ambitieux qui consiste à identifier de façon automatisée les contours des ex-grains parents et leurs orientations à partir des informations cristallographiques et topologiques de la microtexture héritée. Je décris ici la procédure qui est aujourd'hui intégrée dans le logiciel MERENGUE. Ensuite, je pointe les difficultés spécifiques des reconstructions dans le cas des aciers. Finalement je détaille les développements récents intégrés dans MERENGUE qui améliorent et fiabilisent les reconstructions. L'ensemble de ce contenu est plus détaillé dans la thèse d'habilitation de Lionel Germain et également détaillé dans [22] et dans la thèse d'Elodie Boucard [24].

II.2.2.1 Les trois étapes principales de la reconstruction dans MERENGUE

Notre logiciel intègre 3 étapes principales que nous détaillons dans la suite :

1. Le traitement préalable de la carte héritée
2. La recherche de fragments de grains parents fiables
3. L'élargissement des fragments et la construction de la carte parente

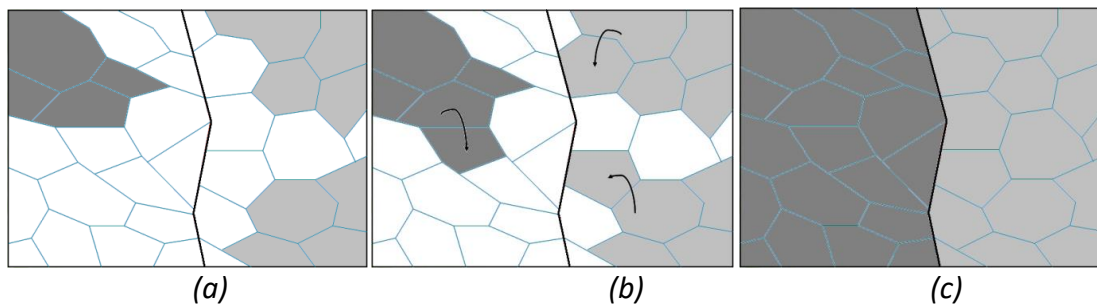


Figure 2-5 : Illustration des principales étapes de reconstruction de la carte parente avec l'approche locale (les traits pleins représentent des joints de grains parents) (a) identification de fragments de grains parents ; (b) propagation des fragments ; (c) grains parents reconstruits.

L'utilisateur peut visualiser le résultat de chaque étape avant de passer à la suivante ou recommencer avec un autre jeu de paramètre, voire revenir à l'étape précédente. Cette utilisation itérative est rendue possible par la rapidité de calcul, qui permet de procéder par erreurs et essais afin de choisir les paramètres de reconstruction les plus adaptés à chaque étape.

Traitement préalable de la carte héritée

Dans un premier temps, les domaines D_i d'orientations proches sont identifiés sur la carte héritée avec un critère de désorientation angulaire ω_{dom} . Cette étape est semblable à la routine classiquement disponible dans un logiciel de post traitement des données EBSD pour identifier les grains. Les pixels de proche en proche, dont l'angle de désorientation est inférieur à ω_{dom} , sont regroupés et forment un même domaine hérité.

Pour optimiser les temps de calcul, MERENGUE transforme les informations de la carte en graphe (Figure 2-6). Chaque domaine hérité D_i est associé à un nœud du graphe. Chaque nœud contient la phase du domaine, son orientation moyenne ainsi que sa surface. À chaque arrête du graphe sont associées la longueur du joint de grains entre deux domaines voisins et la désorientation moyenne entre les deux domaines (cette désorientation est la moyenne des désorientations mesurées le long du joint).

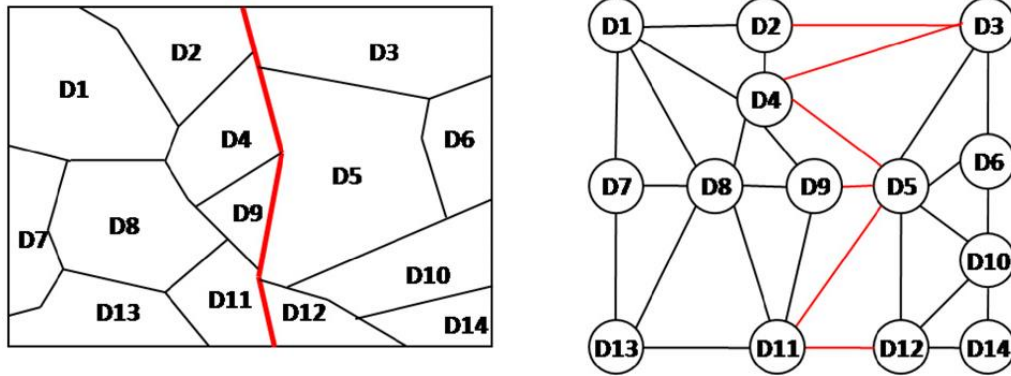


Figure 2-6 : Transformation de la microstructure héritée (issue d'une carte EBSD constituée de 14 domaines) en graphe représentant les relations de voisinage direct entre les domaines. La ligne rouge représente un joint de grains γ/γ [22]

Recherche de fragments de grains parents fiables

Dans un second temps, on cherche à identifier pour un domaine D_i son orientation parente la plus probable. Le domaine devient le fragment d'un grain parent quand une orientation parente unique a été trouvée avec une forte probabilité. Dans la pratique, cette étape se déroule comme suit :

Connaissant l'orientation d'un domaine D_i , exprimée par la rotation g_{Di} , on peut calculer l'ensemble des orientations des parents potentiels, exprimé par les rotations :

$$\{g_{pDi}^i\} = \{\Delta g^{-1} \cdot S_i \cdot g_{Di}\}_{i=1..n_v}$$

Δg est la rotation exprimant la relation d'orientation mettant en coïncidence un repère du cristal parent et un repère du cristal hérité. Le nombre maximum de parents potentiels est donné par le nombre d'éléments de symétrie rotationnelle $\{S_i\}_{i=1..n_v}$ de la phase héritée (n_v , 24 dans le cas des aciers).

Pour chaque parent potentiel (ou élément de symétrie S_i), on calcule les écarts entre les variants théoriques déduits de ce parent potentiel et les orientations expérimentales les plus proches dans le voisinage de D_i . Ces écarts sont ensuite comparés à la tolérance angulaire ω_{frag} définie par l'utilisateur.

Différentes quantités sont calculées pour chaque parent potentiel afin d'évaluer sa probabilité d'être le vrai parent. Ainsi on lui associe le nombre de variants compatibles à ω_{frag} . On transforme également les écarts par une fonction inverse F dépendant de ω_{frag} pour que les valeurs maximales de la fonction correspondent aux écarts les plus faibles à ω_{frag} . Le maximum de la fonction tend vers le nombre de domaines présents dans le voisinage.

Les 24 parents potentiels sont classés à l'aide de ces quantités, du plus probable au moins probable. Le parent le plus probable est celui qui maximise F avec les deux conditions additionnelles sur la valeur de F associée au parent retenu :

- elle répond à une valeur seuil définie par l'utilisateur,
- elle présente un écart avec la solution classée en 2^{ème} position (cet écart seuil est également défini par l'utilisateur).

Cette sélection sur les écarts est primordiale, car elle permet d'éliminer les configurations locales qui ne permettent pas la recherche d'une solution parent unique.

Si aucun parent potentiel ne passe les seuils, le domaine D_i n'est pas considéré comme un fragment. Sinon, on stocke pour ce domaine D_i , l'élément de symétrie du parent le plus probable retenu. Ce calcul est réalisé pour l'ensemble des domaines D_i identifiés sur la carte EBSD. La Figure 2-7 illustre le résultat proposé par MERENGUE à l'étape de la recherche des fragments de parents fiables.

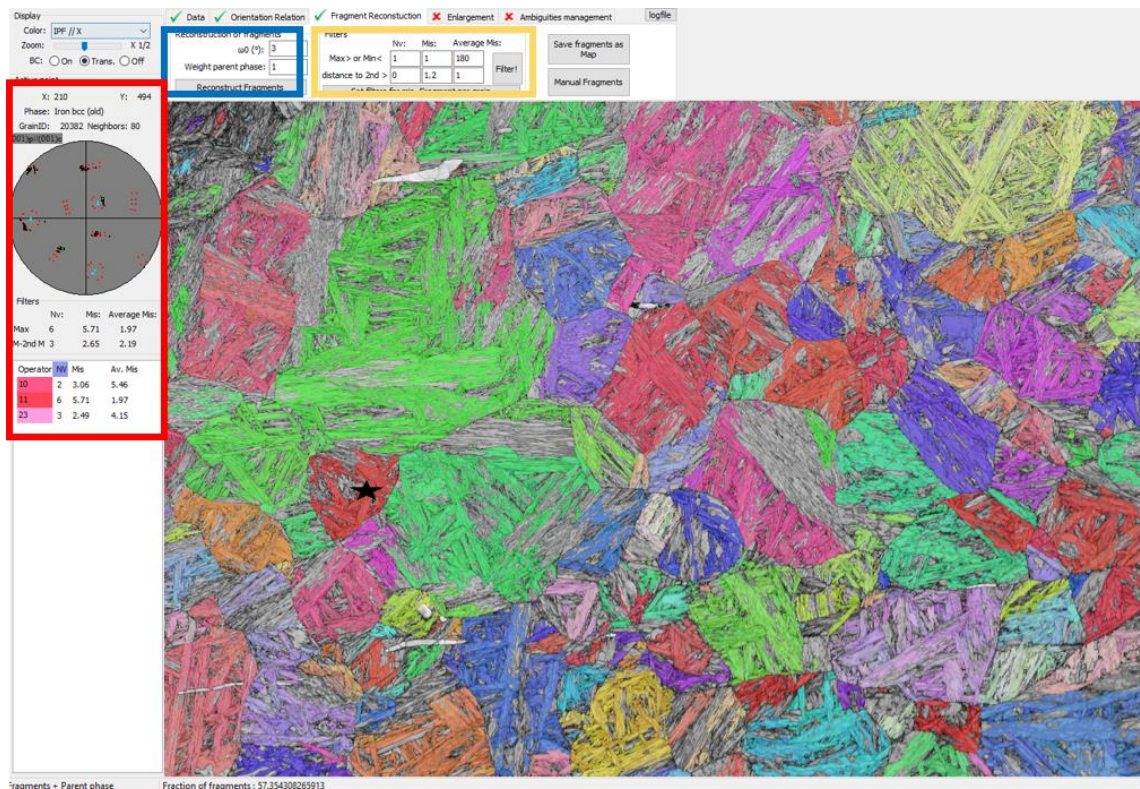


Figure 2-7 : Interface du logiciel MERENGUE à l'étape de l'identification des fragments. L'encadré bleu indique la tolérance angulaire dans la recherche d'un fragment parent, l'encadré jaune indique les valeurs seuils des quantités qui filtrent les parents potentiels et l'encadré rouge indique les informations associées à chaque fragment (ici celui marqué par une étoile sur la carte en cours de reconstruction)

Elargissement des fragments et construction de la carte parente

L'étape d'élargissement des fragments fiables, précédemment identifiés, permet de compléter la reconstruction. On considère les domaines voisins de proche en proche encore non affectés à un fragment parent. Ces domaines sont intégrés dans le grain parent s'ils sont en RO avec l'orientation du fragment parent, en augmentant progressivement la tolérance jusqu'à ω_{enl} . C'est à nouveau un processus itératif : il s'arrête lorsque plus aucun domaine hérité ne peut être attribué à un fragment de parent.

Lors de ces itérations, un domaine D_i peut être en RO avec plusieurs grains parents voisins d'orientations différentes. Il s'agit alors d'un domaine ambigu. La présence de domaines ambigus peut être due à l'utilisation d'une tolérance angulaire trop élevée, ou à la mise en commun de variants au niveau des joints de macles austénitiques. Ce variant est alors commun aux deux grains et cristallographiquement, il est impossible de l'associer à l'un ou l'autre parent. Par contre, il est possible de s'appuyer sur des critères morphologiques pour optimiser le profil du joint.

Finalement, la carte parente est reconstruite pour l'ensemble des pixels appartenant à des fragments élargis. On affecte à chaque pixel, l'orientation parente calculée à partir de l'orientation héritée mesurée par EBSD pour ce pixel et de l'élément de symétrie stockée pour le fragment, en respectant strictement la relation d'orientation.

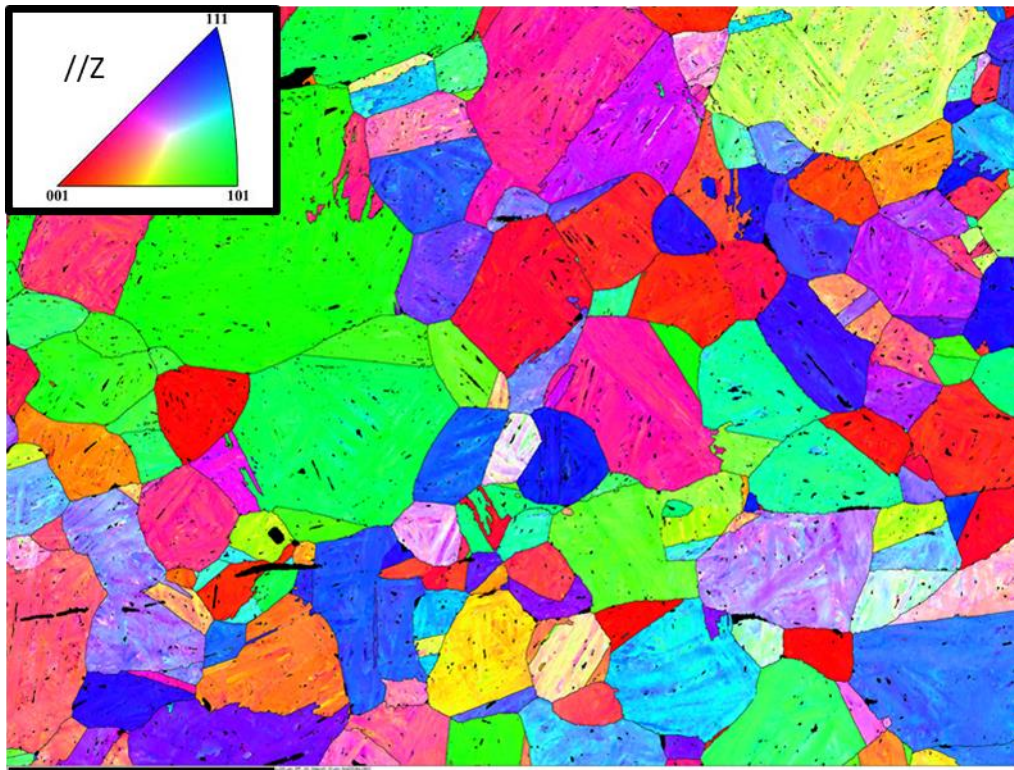


Figure 2-8 : Carte EBSD austénitique reconstruite, obtenue après l'étape d'élargissement ($\omega_{enl}=5^\circ$) pour l'exemple donné Figure 2-7 (cette reconstruction intègre les derniers développements détaillés dans la partie suivante).

II.2.2.2 La spécificité des transformations de phases dans les aciers

Différentes caractéristiques de la transformation de l'austénite en martensite (ou en bainite) des aciers rendent la reconstruction de la microtexture de l'austénite à haute température particulièrement délicate [22].

Importance de l'identification de la RO :

Les méthodes de reconstruction supposent l'existence d'une RO connue et unique. La revue bibliographique a montré qu'il existe plusieurs relations entre l'austénite et les produits de transformation : entre autres les relations de Kurdjumov-Sachs, Nishiyama-Wassermann et Greninger-Troiano. De plus, des études montrent qu'elles peuvent évoluer avec l'avancement de la transformation [38]. Même si ces RO sont proches, elles influencent significativement le résultat du recalcul de la microtexture austénitique. La connaissance de la RO sera donc une première difficulté dans le cas des aciers.

Dispersion des variants hérités

Au sein d'un ensemble de lattes d'orientations proches, on peut observer une très forte dispersion d'orientations. Cette dispersion au sein des domaines hérités peut être due à la dispersion de la RO. Cependant, cette dispersion peut aussi être liée à la plasticité de transformation de phase : la phase parente accommode progressivement la déformation de transformation avec l'avancement du front de transformation. Ce phénomène est bien visible sur une nuance d'acier permettant de stabiliser une fraction de phase austénitique en cours de transformation.

Figure 2-9a illustre les orientations (et leurs dispersions) héritées d'un grain austénitique recristallisé (les orientations théoriques en noir sont superposées aux mesures en couleur). Les trois domaines de Bain sont définis par un nuage continu d'orientations. Il devient difficile d'identifier sans ambiguïté les variants faiblement désorientés. La désorientation maximale entre les variants théoriques et expérimentaux peut atteindre quelques degrés. Par conséquent, même dans un grain parent recristallisé, pour identifier tous les variants hérités de ce grain, il faut considérer une tolérance angulaire de plusieurs degrés autour de la RO. Inversement, cela va aussi augmenter le nombre de situations ambiguës.

Ce phénomène est encore amplifié dans le cas d'une microtexture parente déformée avant transformation de phase (Figure 2-9b). Après déformation du grain parent, il devient difficile voire impossible d'identifier les domaines de Bain. Tout d'abord, le grain parent ne possède plus une unique orientation avant transformation de phase mais une dispersion d'orientations induite par la déformation. Une recherche très locale de l'orientation individuelle parente est alors nécessaire pour éviter d'augmenter les tolérances angulaires dans la recherche de l'orientation parente la plus probable.

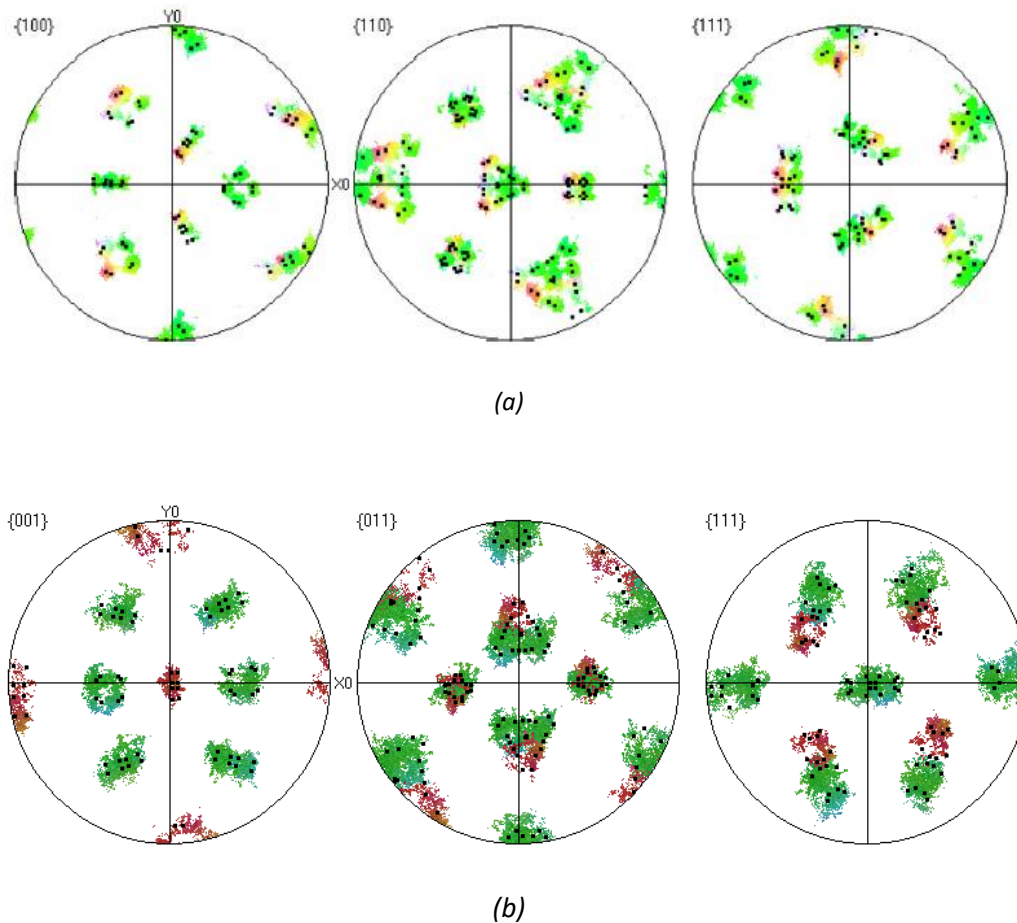


Figure 2-9 : Projections des orientations héritées issues d'un grain austénitique (en couleur) superposées aux variants théoriques (en noir) a) cas d'un grain parent recristallisé, b) cas d'un grain parent déformé.

Mise en commun de variants faiblement désorientés : cas des grains « parent » maclés

L'austénite est une phase pouvant présenter, en fonction de sa composition chimique et des traitements thermomécaniques appliqués, de très nombreuses macles thermiques (Figure 2-10a). Deux grains parents en relation de macle $60^\circ\langle 111 \rangle$ partagent en théorie 6 couples de variants identiques selon la RO de KS (Figure 2-10b) et 6 couples de variants communs à 2° selon la RO de GT.

La probabilité d'observer aux niveaux des joints de macles, des variants communs aux deux grains est importante. Cette mise en commun de variants s'observe également aux niveaux des joints de grains qui présentent une désorientation spécifique (capable de mettre en commun un variant). On parle de sélection de variants aux joints γ/γ [39]. Ces variants sont alors ambigus. En présence de ce type de variants dans la microtexture héritée, il sera difficile de révéler les vrais contours des grains « parent » et de leur macle.

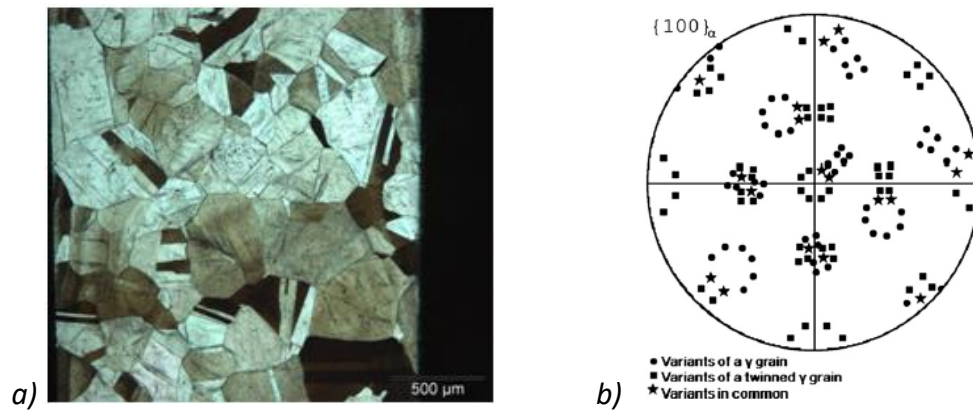


Figure 2-10 : a) Microscopie optique de la microstructure austénitique parente révélée par attaque thermique – Présence de nombreuses macles, b) Projection stéréographique des pôles $\{100\}_\alpha$ des variants hérités de deux orientations parentes en relation de macle– les variants communs aux deux grains sont symbolisés par des étoiles [22].

II.2.2.3 Récents développements pour améliorer la reconstruction

Identification des domaines cristallins faiblement désorientés

La première étape de la reconstruction consiste à identifier les domaines D_i d'orientations proches de la carte EBSD héritée. La procédure classique consiste à définir une tolérance angulaire ω_{dom} (3° est une valeur standard) et de regrouper dans un même domaine, les pixels qui ont une désorientation de proche en proche inférieure à cette tolérance. Les contours des domaines ainsi identifiés impactent beaucoup la reconstruction : ils définissent l'orientation moyenne et le voisinage utilisés pour la recherche du parent.

Cette procédure classique regroupe des domaines cristallins ferritiques d'orientations proches, séparés par un joint de très faible désorientation ($<1^\circ$, c'est à dire de l'ordre de grandeur de la résolution angulaire de l'EBSD). Le cas se présente par exemple pour une microtexture bainitique qui se caractérise par des sous-unités faiblement désorientées de proche en proche. Une procédure classique ($\omega_{dom} = 3^\circ$) intègre dans un même domaine, différents variants du même domaine de Bain et vont jusqu'à intégrer les variants de l'orientation parente maclée (voir l'exemple donné Figure 2-11). On comprend facilement que l'orientation moyenne de ce domaine ne traduit plus la réalité des orientations héritées et va nuire à la reconstruction. La solution qui était mise en œuvre jusqu'à présent consistait à réduire ω_{dom} . Cependant cela multiplie le nombre de domaines, et crée beaucoup de petits domaines artificiels. Cela crée des voisinages avec peu de variants différents, ce qui nuit également à la reconstruction.

Pour optimiser l'identification de ces domaines faiblement désorientés, une nouvelle procédure de 'complétion de joints de grains' a été développée et implémentée dans MERENGUE que nous avons baptisé ALGRID (Anti Leak Grain Identification). Cette procédure est détaillée dans [40]. Elle identifie les domaines en deux étapes en s'appuyant sur deux tolérances angulaires :

ω_{dom} pour délimiter les domaines primaires suivant la procédure classique et,
 ω_{com} pour identifier au sein de ces domaines primaires des sous-domaines.

La deuxième étape considère au sein de chaque domaine primaire, les lignes 'ouvertes' de désorientations supérieures ou égales à ω_{dom} et cherche à les relier aux joints du domaine primaire, subdivisant celui-ci en sous-domaines. La Figure 2-12 illustre comment ALGRID relie ces lignes ouvertes (en gris Figure 2-12Erreur ! Source du renvoi introuvable.b) aux joints du domaine primaire (en rouge Figure 2-12c). On recherche le chemin le plus court qui maximise la désorientation cumulée le long du sous-joint, en imposant que la désorientation en chaque frontière du sous-joint soit comprise entre ω_{com} et ω_{dom} .

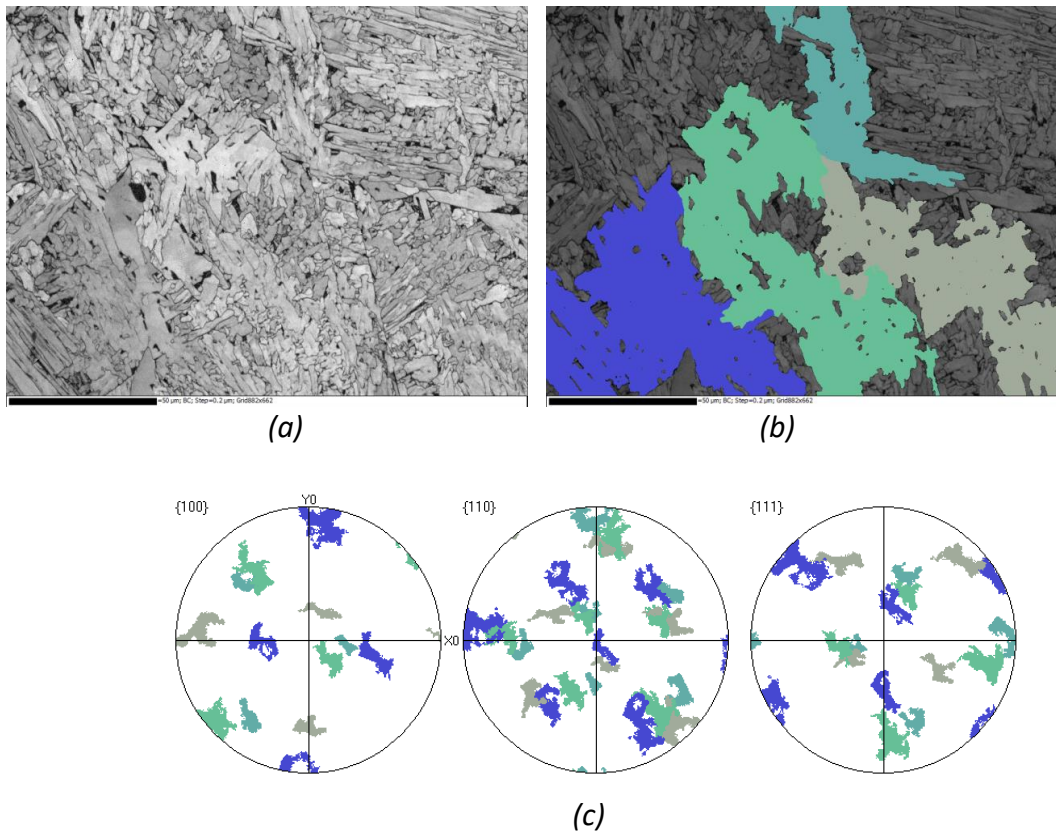


Figure 2-11: Nuance d'acier CMn-1 (0.06%C, 2.4%Mn) [24] (a) Microstructure typique d'une bainite supérieure ; (b) 4 domaines d'orientations proches (identifiés avec $\omega_{dom}=3^\circ$) sont illuminées en couleur aléatoire, (c) les figures de pôles associées. Certains domaines ainsi identifiés intègrent à la fois différents variants d'un même domaine de Bain et des variants appartenant à une macle voisine.

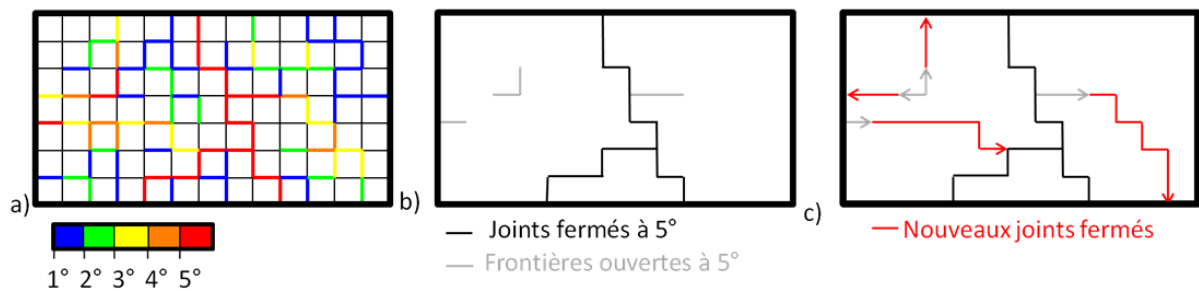


Figure 2-12: Application d'ALGRID a une carte de désorientation simulée (a). Les lignes de désorientation angulaire $\geq 5^\circ$ permettent d'identifier des domaines primaires aux contours fermés par des joints $\geq 5^\circ$; (b) Au sein de ces domaines primaires, des frontières ouvertes révèlent la possible présence de sous-domaines (s'appuyant sur les frontières ouvertes $\geq 5^\circ$); (c) ALGRID cherche à identifier des sous-domaines en fermant les frontières ouvertes [40].

La Figure 2-13 illustre l'utilisation d'ALGRID dans le cas d'une microtexture bainitique. Chaque sous-unité est efficacement identifiée. Les variants hérités d'un même parent sont donc mieux isolés, ce qui rendra plus fiable la restitution des contours de grains parents.

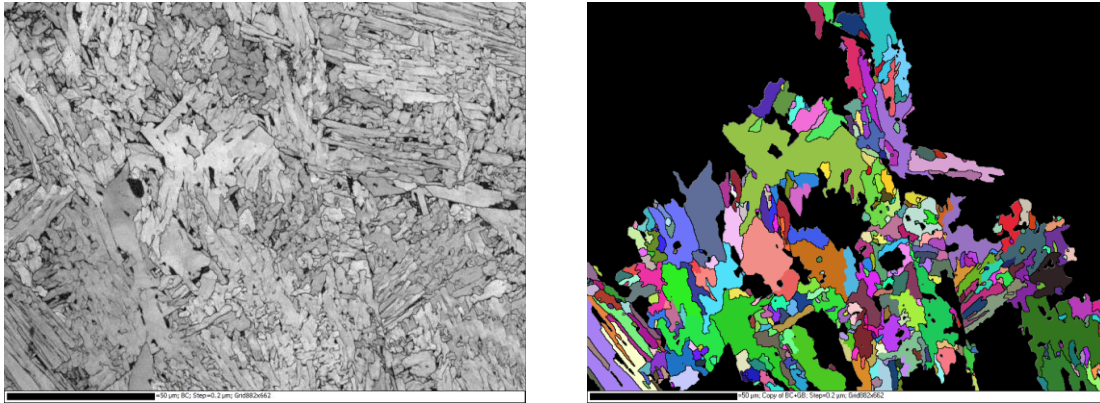


Figure 2-13: ALGRID appliqué à la microtexture bainitique présentée Figure 2-11 pour l'identification des sous-unités. Les 4 domaines visualisés en couleur Figure 2-11 (identifiés avec une procédure classique) sont subdivisés par ALGRID en sous-domaines qui délimitent mieux les sous-unités d'une structure bainitique ($\omega_{\text{dom}}=3^\circ$, $\omega_{\text{com}}=0.5^\circ$)

Recherche par itération de l'OR moyenne de la carte

Pour optimiser la reconstruction dans le cas des aciers, nous avons proposé différentes méthodes de recherche conjointe de la RO et de l'orientation du grain parent. Elles se basent sur la recherche de la RO 'optimale' en ne considérant que des variants issus d'un même parent d'orientation unique non dispersée [41] ou sur différentes désorientations mesurées à des joints triples dans le cas d'une phase parente initialement déformée (au voisinage du joint triple, l'orientation parente peut à nouveau être considérée unique et peu dispersée) [42].

Ces méthodes ont été adaptées par Lionel Germain pour être intégrées dans MERENGUE pour une recherche itérative de la RO moyenne à partir de l'ensemble de la carte EBSD. On simplifie légèrement la problématique traitée dans les méthodes analytiques publiées, en s'appuyant sur les reconstructions pour connaître les contours approximatifs du parent. Les RO locales sont ensuite calculées (par ex-grains parents ou aux joints triples) et moyennées. La nouvelle RO moyennée est ré-utilisée dans la reconstruction et la procédure est réitérée jusqu'à ne plus obtenir d'amélioration dans la reconstruction (avec des tolérances angulaires limitées à $\sim 3^\circ$).

Amélioration pour la reconstruction de microtexture parente déformée

Dans le cas d'une phase parente déformée, les domaines hérités peuvent présenter beaucoup de dispersions, résultant de la dispersion d'orientation de la phase parente Figure 2-9b. L'orientation moyenne du grain n'est donc plus représentative de l'orientation parente locale. Il faut nécessairement utiliser des mesures très locales, si l'on veut reconstruire la carte parente sans augmenter les tolérances angulaires.

Dans la section II.2.2.1, nous avons précisé que MERENGUE recherche l'orientation parente en considérant les désorientations entre deux orientations moyennes de domaines voisins. Cependant, nous avons également mentionné que le logiciel stocke les désorientations moyennes le long des joints de domaines (Figure 2-6).

Aussi une méthodologie a été proposée pour identifier l'orientation parente locale (ou plutôt l'élément de symétrie S_i^{Di}) à partir de désorientations locales moyennées aux frontières du domaine de référence et améliorer la reconstruction dans le cas d'une austénite déformée avant transformation de phase [43].

Correction des domaines ambigus

Lors de l'étape d'élargissement, des domaines peuvent être ambigus, c'est-à-dire être compatible avec deux fragments voisins. Ces ambiguïtés sont identifiées et peuvent être visualisées sur la carte EBSD. Des corrections manuelles ont été proposées lors des travaux de thèse de Pierre Blaineu. Elles ont pour but d'affecter le domaine ambigu au parent le plus probable, en s'aidant d'informations additionnelles : l'imagerie en contraste de bandes pour identifier un ex-joint de grains parents ou dans le cas d'une macle thermique, en considérant la trace de son plan de joint (hypothèse d'une macle cohérente). Cette démarche manuelle a été intégrée dans MERENGUE de façon automatisée et peut être systématiquement appliquée aux cartes reconstruites pour optimiser la reconstruction des macles au sein des grains parent.

Analyse de la distribution spatiale des variants

La distribution spatiale des variants hérités par transformation de phase est une caractéristique importante de la microtexture de transformation, comme pointé dans de précédents travaux [44] [45] [44], [46] [47] [48].

Lors de la transformation de phase, le grain austénitique se divise en plusieurs paquets de lattes parallèles. Les lattes à l'intérieur d'un paquet correspondent à différents variants qui partagent un même plan dense $\{111\}_\gamma$. Au sein de chaque paquet, on distingue des blocs fortement désorientés les uns par rapport aux autres. Les blocs sont composés d'un ensemble de lattes correspondant soit à deux variants faiblement désorientés soit à un seul variant.

Aussi dans la microtexture de transformation de phase, on analyse communément les variants proches voisins, hérités d'un même grain parent, en identifiant leur appartenance à différents groupes (

Tableau 2-3) :

- le groupement de variants partageant le même plan dense $\{111\}_\gamma$
(cela permet d'évaluer la taille des paquets de lattes),
- le groupement de variants partageant la même direction dense $\langle 110 \rangle_\gamma$,
- le groupement de variants appartenant au même domaine de Bain.

Variant no.	Plane parallel	Direction parallel	CP group	Bain group	Misorientation from V1 (°)
V1	$(111)_\gamma // (011)_\alpha$	$[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$	CP1	B1	–
V2		$[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B2	60.0
V3		$[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B3	60.0
V4		$[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B1	10.5
V5		$[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B2	60.0
V6		$[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B3	49.5
V7	$(\bar{1}\bar{1}1)_\gamma // (011)_\alpha$	$[10\bar{1}]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$	CP2	B2	49.5
V8		$[10\bar{1}]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B1	10.5
V9		$[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B3	50.5
V10		$[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B2	50.5
V11		$[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B1	14.9
V12		$[011]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B3	57.2
V13	$(\bar{1}\bar{1}1)_\gamma // (011)_\alpha$	$[0\bar{1}1]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$	CP3	B1	14.9
V14		$[0\bar{1}1]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B3	50.5
V15		$[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B2	57.2
V16		$[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B1	20.6
V17		$[110]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B3	51.7
V18		$[110]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B2	47.1
V19	$(111)_\gamma // (011)_\alpha$	$[\bar{1}10]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$	CP4	B3	50.5
V20		$[\bar{1}10]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B2	57.2
V21		$[0\bar{1}1]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B1	20.6
V22		$[\bar{1}\bar{1}0]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B3	47.1
V23		$[101]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B2	57.2
V24		$[101]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$		B1	21.1

Tableau 2-3 : Liste des 24 variants issus de la RO de KS et leur appartenance aux groupes CPP ou de Bain. Les groupes de Bain sont définis par : B1 ($[001]_\gamma // [001]_\alpha$, $[100]_\gamma // [110]_\alpha$, $[010]_\gamma // [1\bar{1}1]_\alpha$) ; B2, ($[100]_\gamma // [001]_\alpha$, $[010]_\gamma // [110]_\alpha$, $[001]_\gamma // [1\bar{1}1]_\alpha$) ; B3, ($[010]_\gamma // [001]_\alpha$, $[001]_\gamma // [110]_\alpha$, $[100]_\gamma // [1\bar{1}1]_\alpha$) [44]

Après reconstruction de la carte parente par MERENGUE2, chaque pixel de la carte EBSD héritée peut être associé à une orientation parente par la RO stricte 'optimisée pour le recalcul' et par un des 24 éléments de symétrie rotationnelle de la phase parente. Le numéro de l'élément de symétrie permet d'identifier un domaine hérité comme correspondant à un des 24 variants suivant une classification du type de celle du Tableau 2-3 (V1 à V24). Cela permet ensuite de construire des cartes de distribution spatiale des variants selon leur appartenance à un groupement spécifique (une couleur aléatoire est attribuée aux variants d'un même sous-groupe). Par ailleurs, si l'on considère que le grain parent avait une orientation unique sans dispersion (cas recristallisé), il est possible de moyenner les orientations parentes calculées dans le contour du grain parent. A partir de là, deux types de cartes peuvent être simulées :

- **la carte des domaines hérités théoriques** : en calculant des orientations héritées en RO 'optimisée' stricte avec l'orientation unique parente.
- **la carte de dispersion de la RO** : en représentant l'écart entre l'orientation héritée locale et théorique. Cet écart peut alors être analysé pour évaluer la dispersion de la RO autour de la RO moyenne utilisée pour la reconstruction.

II.3 Application à l'étude de la transformation bainitique lors de traitements isothermes prolongés : Phénomène de Granularisation

II.3.1 Contexte de l'étude

Les aciers bainitiques sont utilisés industriellement pour leur bon compromis entre résistance, ductilité et ténacité. Cependant, après obtention de sa microstructure d'emploi, l'acier peut subir des maintiens additionnels en température (soit en fin de fabrication et/ou lors de son utilisation), susceptibles de dégrader ses propriétés. Aussi dans le cadre du stage Master et de la thèse de Meriem Ben Haj Slama [Thèse LABEX/Région Lorraine 2014-2018] que j'ai co-dirigée avec Sébastien Allain – IJL – Nancy [49], nous avons cherché à mettre en évidence cette dégradation et à comprendre ses origines microstructurales. L'ensemble du travail a été conduit en partenariat avec la société ArcelorMittal – centre de recherche de Maizières-lès-Metz.

Pour ce faire, des traitements thermiques contrôlés ont été appliqués à des aciers de nuances modèles FeNiC et FeNiMnC. Une première série de traitements a permis de fabriquer des microstructures bainitiques haute température (B-HT - $M_s+85^\circ\text{C}$), basse température (B-BT - $M_s+15^\circ\text{C}$), martensitique (M - trempe) et mixtes. Ces produits de transformation bruts ont été caractérisés et analysés en détail, en particulier par EBSD en résolution angulaire améliorée. Les données ont été exploitées pour reconstruire les ex-grains austénitiques et distinguer les différents produits de transformation par l'organisation spatiale de leurs variants cristallographiques.

Une deuxième série de traitements a consisté à soumettre ces microstructures à des maintiens isothermes prolongés. Ces évolutions de microstructure ainsi que leurs cinétiques ont été investiguées à différentes échelles en couplant des observations en MEB, EBSD, MET et aussi des analyses in-situ par DRX Haute Energie sur grands instruments.

II.3.2 Caractérisation des produits de transformation par EBSD

Nous avons mené une exploitation poussée des données EBSD pour mieux distinguer les différents produits de transformation en caractérisant la relation d'orientation et la répartition spatiale des variants [50]. La Figure 2-14 montre pour les trois types de produits de transformation de la nuance de référence Fe-0.33C-5Ni, les histogrammes de distribution des angles de désorientation (α) et repère la RO déduite avec Merengue par rapport à sa déviation angulaire à la relation de KS.

La Bainite-Basse Température et la Martensite ont des caractéristiques cristallographiques proches ; Les domaines sont majoritairement désorientés de 60° (les axes de désorientations angulaires ne correspondent pas à un axe unique mais on observe un étalement allant de $\langle 334 \rangle$ à $\langle 111 \rangle$) et la RO moyenne est proche de GT. A l'inverse, la Bainite-Haute Température présente une proportion plus faible de désorientation angulaire à 60° et une RO qui s'écarte significativement de celle de la Martensite et la Bainite Haute Température.

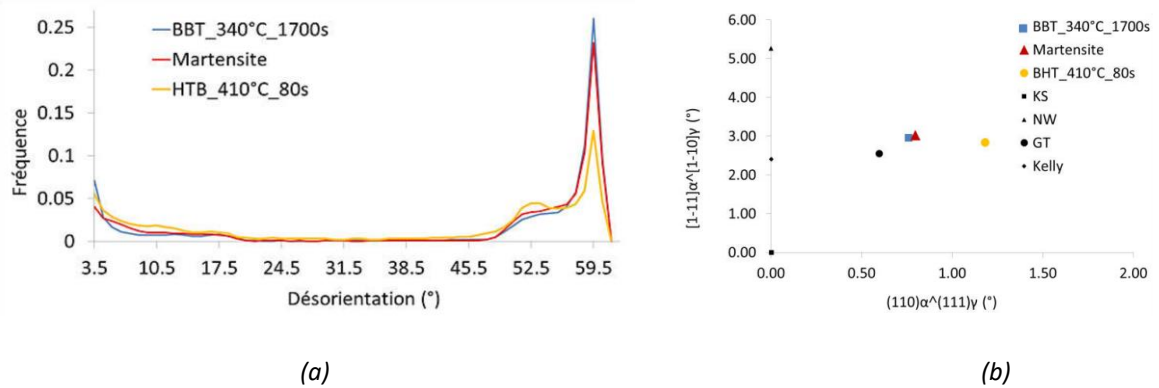


Figure 2-14 : (a) Histogrammes de désorientations angulaires associés aux trois microtextures des échantillons B-BT, M et B-HT de la nuance de référence Fe-0.33C-5Ni, (b) RO déduite avec Merengue repérée par rapport à sa déviation angulaire à la relation de KS (les RO classiquement observées pour les aciers sont aussi représentées - Tableau 2-1)

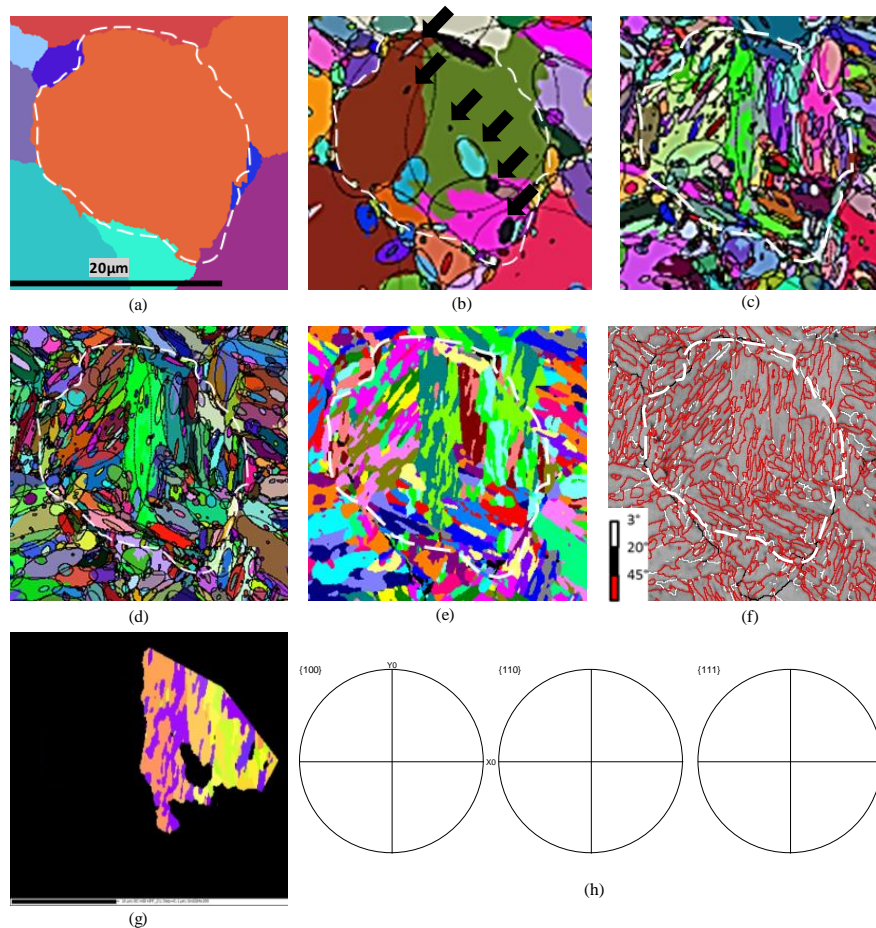


Figure 2-15 : (a) Identification des PAG au sein de l'échantillon B-BT - Fe-0.33C-5Ni pour analyser sa subdivision en (b) paquets, (c) blocs, (d) sous-blocs selon un code de couleur aléatoire par élément identifié, et (e) la distribution des variants selon un code attribuant une couleur par variant au sein du même grain. (f) Cartographie des désorientations angulaires de la même zone et (g) Sélection d'un paquet (code de couleur de l'IPF//Z) accompagnée de (h) des projections stéréographiques des normales aux plans {100}, {110} et {111}.

La Figure 2-15 illustre le traitement des cartes EBSD par Merengue et Decrypt pour quantifier l'organisation hiérarchique et multi-échelle des variants cristallographiques subdivisés au sein des grains d'austénite parent (PAG) en paquets/blocs/sous-blocs.

Pour classer nos microtextures, nous avons distingué deux types de configuration : les paquets contenant au plus trois blocs noté « Type A » (configuration correspondant à la Bainite Supérieure) et ceux contenant au moins quatre blocs (et souvent beaucoup plus) de « Type B » (configuration correspondant à la Bainite Inférieure et à la Martensite) (voir Figure 2-16a).

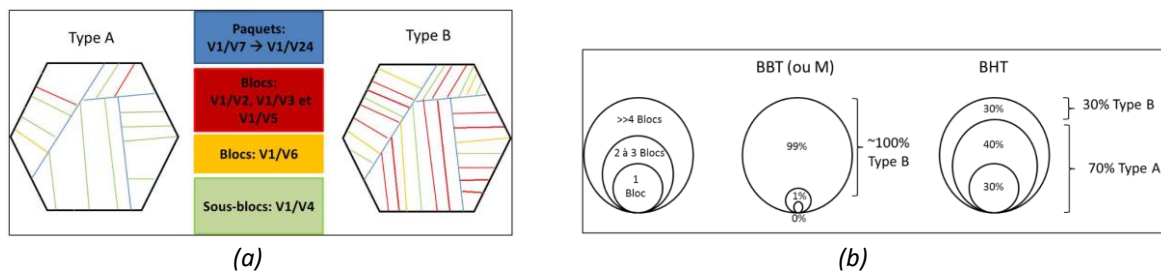


Figure 2-16 : Configuration de Type A et Type B pour classer l'organisation spatiale des variants dans les microstructures de la nuance Fe-0.33C-5Ni (la numérotation des variants est celle du

Tableau 2-3), (b) Analyse quantitative des microtextures de la B-HT (et la M) et la B-HT en considérant la proportion de paquets ayant de 1 à plus de 4 Blocs

La Figure 2-16b résume la composition en types A et B des trois microtextures analysées. La M et B-BT présentent une fréquence des blocs par paquet plus importante que celle associée à la B-HT. Le Type B est par conséquent typique des microstructures martensitiques et bainitiques inférieures.

La bainite B-HT est plus complexe avec seulement 30% des paquets contenant plus que 4 blocs. Cette fraction de bainite Type B contenue dans la BHT, peut être associée aux régions de lattes fines fortement désorientées. Nous pouvons corrélérer ce résultat avec les observations de zones qui contiennent les carbures intra-lattes repérées par imagerie électronique et qui sont associés à de la bainite inférieure. Les zones de gros domaines comportant les lattes très faiblement désorientées, caractérisent le deuxième type de bainite que nous avons nommé « Type A » (avec des paquets contenant au maximum trois blocs). Le caractère mixte (de Type A et de Type B) dans la B-HT peut être expliqué par le fait que, durant le processus de transformation isotherme, le type A se forme d'abord causant des contraintes internes dans l'austénite avoisinante non transformée. Ceci favorise donc la formation de lattes fines auto-accommodées pour compenser l'effet des contraintes créées dans l'austénite, et ferait apparaître par la suite davantage des joints de blocs.

III.3.3 Principaux résultats : évolution des microstructures lors d'un maintien prolongé

Nous avons montré que ces microstructures bainitiques en lattes ne sont pas toujours stables lors d'un maintien isotherme prolongé. Dans les cas les plus sévères, nous avons observé un processus de «granularisation» de la microstructure en lattes avec disparition des variants fortement désorientés et une redistribution des carbures. Ces phénomènes sont observés sur nos deux alliages modèles y compris sur des temps courts (<1h) à basse température (300°C). Cette évolution de la microstructure n'est pas sans influence vis-à-vis des propriétés mécaniques de l'acier. En effet, toutes les nuances d'acier analysées subissent une chute non négligeable de dureté (de 45Hv pour la nuance Fe-0,13C-5Ni, après 30 min de maintien isotherme à la température 380°C et de 30Hv pour la nuance Fe-0.33C-5Ni après 5h de maintien la température 380°C - Ms+20°C pour les deux matériaux).

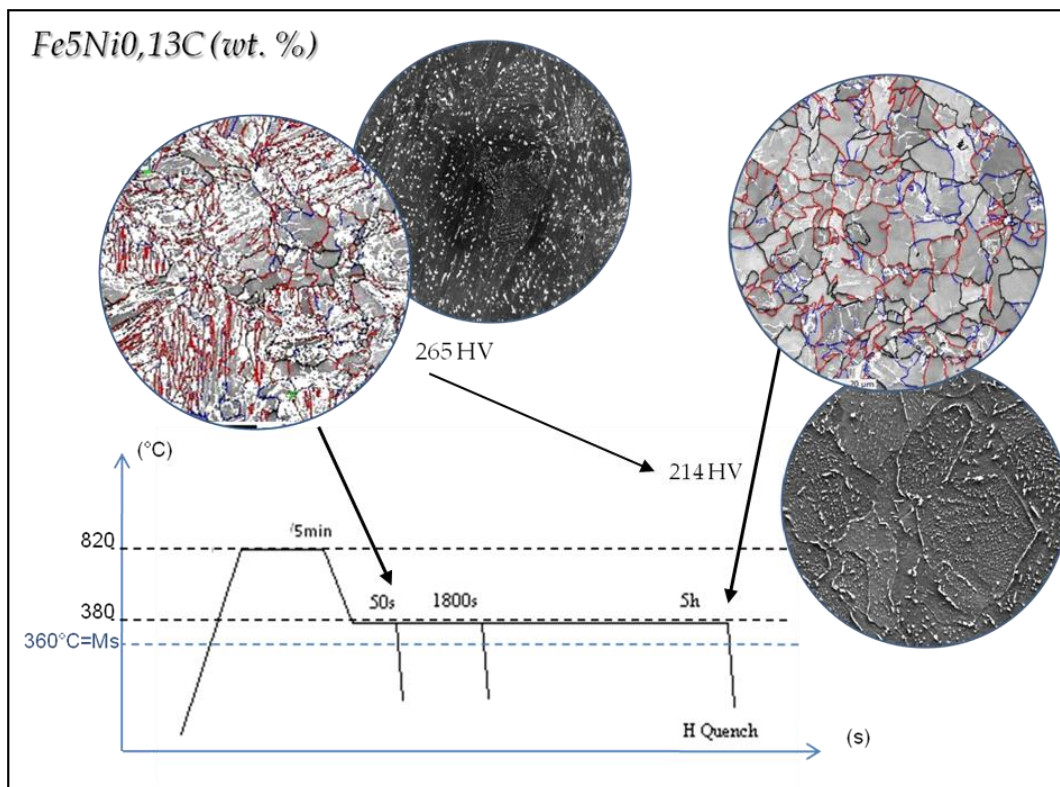


Figure 2-17 : Evolution de la microstructure bainitique en lattes vers une bainite granulaire – Nuance Fe-0.13C-5Ni

Le processus de granularisation est déclenché lorsque les microstructures contiennent une fraction de bainite supérieure. Cette évolution métallurgique correspond à une modification rapide et importante de la matrice ferritique impliquant une disparition des blocs. Les microstructures finales obtenues après maintien isotherme ressemblent à de la bainite granulaire (avec redistribution des carbures pour venir décorer les joints de bainite granulaire). Par ailleurs l'évolution des carbures, en particulier leur composition chimique a été analysée au MET à partir de répliques. Dans la microstructure initiale, les carbures contiennent 5%at de Ni et leur composition évolue peu lors de la granularisation. Par

ailleurs ces études en transmission montrent également que les films de carbures qui se forment aux joints de la microstructure granulaire, sont en fait des amas de différents précipités.

Par contre, le résultat montre que les lattes de martensite ou de bainite inférieure sont stables, quelle que soit la température de vieillissement (jusqu'à 380 C). Ainsi nos travaux pointent le rôle majeur de la présence (même résiduelle) de bainite dite supérieure dans la microstructure initiale pour amorcer le processus de granularisation, indépendamment de la température de traitement. La composition chimique et la microstructure initiale affectent sensiblement les cinétiques [51].

Pour approfondir l'évolution de la microstructure lors d'un maintien prolongé, des analyses complémentaires ont été réalisées à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility). Des diffractogrammes ont été mesurés sur nos échantillons ayant subi différents temps de maintien bainitique

Lors de la première étape du processus de granularisation (en augmentant le temps de maintien jusqu'à 1800s), les pics caractéristiques de la ferrite se décalent vers les θ décroissants, traduisant une augmentation du paramètre de maille, due à une relaxation des contraintes internes. Lors de la deuxième étape (avec le maintien jusqu'à 5h), on observe une diminution du paramètre de maille. Cela correspond à un appauvrissement en carbone de la matrice ferritique par diffusion; le paramètre de maille de la ferrite s'approche de celui du FeNi de l'équilibre à 380°C estimé par la loi de Vegard.

Enfin, on observe une diminution de la largeur à mi-hauteur des pics caractéristiques de la phase ferritique, due essentiellement à une diminution de la densité de dislocations (processus de restauration).

Conclusions et Perspectives

Ce deuxième chapitre a détaillé les différentes méthodes que notre équipe a développées au cours des 20 dernières années pour obtenir indirectement des informations concernant la microstructure et la texture de la phase parente haute température à partir de la microstructure/texture de la phase héritée à température ambiante.

Ces approches ont largement été appliquées dans nombre de nos travaux de recherche pour comprendre la genèse des microstructures héritées par transformation de phase, en particulier dans les alliages de titane et de zirconium et plus récemment les aciers.

Nous sommes fiers d'avoir été à l'initiation d'une thématique de recherche qui aujourd'hui a atteint sa maturité. Des modules de reconstruction sont aujourd'hui intégrés dans plusieurs logiciels de post-traitement des données EBSD. Ces méthodes sont aujourd'hui particulièrement attractives pour comprendre la genèse des microstructures lors de procédés innovants d'élaboration et d'assemblage des matériaux du futur [52] [53] [54] [55].

Enfin, pour compléter ces approches indirectes, il est évident que les techniques de mesure directe à haute température sont très intéressantes [56] [57] [58] [59]. Les techniques de suivi in-situ en MEB/EBSD ont significativement gagnées en maturité ces dernières années,

par le développement d'une part de platines chauffantes au design optimisé à la configuration de mesure en EBSD et d'autre part de caméras EBSD avec des vitesses d'acquisition très rapides (3000hz) capables de suivre des dynamiques d'évolution des microstructures. Aussi, dans les prochains mois, notre équipe a prévu de faire l'acquisition d'une platine chauffante pour l'analyse in-situ des transformations de phases dans un MEB. Cette approche complètera les développements déjà réalisés pour la reconstruction cristallographique indirecte des microstructures des phases parentes. Cela apportera des données expérimentales de qualité à confronter aux reconstructions et permettra d'étendre nos analyses aux transformations diffusives qui se prêtent mal aux reconstructions. L'idée serait également de profiter de la technique pour approfondir les héritages de microstructure et de texture lors de cycles de transformations complets (au chauffage et au refroidissement) en approfondissant également les mécanismes de compétition entre transformation de phase et recristallisation. Plusieurs collaborations académiques déjà existantes bénéficieront de cette nouvelle technique.

Avec Frédéric Danoix (Université de Rouen), nous étudions les interactions entre éléments d'alliage dans les aciers Fe-C-Mn et la mobilité des interfaces γ/α par des méthodes post mortem ; Cependant cela rend impossible la détermination des vitesses de déplacement des interfaces. Leur suivi in-situ permettrait de palier au problème et ainsi de mieux comprendre les mécanismes de formation de la ferrite.

Par ailleurs, dans le cadre d'un projet en cours avec Julien Teixeira et Sabine Denis (Institut Jean Lamour), nous analysons l'effet d'un enrichissement en azote en phase austénitique sur les mécanismes de transformation de phase au refroidissement dans des aciers faiblement alliés. En effet des travaux conduits à l'IJL ont montré que par rapport à l'acier non enrichi en azote, les cinétiques de décomposition de l'austénite sont fortement accélérées malgré le caractère gammagène de l'azote. Par ailleurs, les microstructures résultantes sont très complexes, avec un affinement des grains de la matrice ferritique et la présence de différents nitrures. La reconstruction des grains austénitiques parents montrent un effet des nitrures sur la taille de grain austénitique. Des analyses in-situ doivent permettre de mieux visualiser la microstructure austénitique à petits grains et comprendre le rôle des nitrures sur la transformation au chauffage.

Références Bibliographiques

- [1] M. Humbert et N. Gey, « Restitution conditions of the parent cubic texture from the inherited hexagonal texture in the $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation », *J. Appl. Cryst.* 32, p.21-26, 1999
- [2] N. Gey, M. Humbert, et J. J. Fundenberger, « Comparison between Indirect Methods to Determine High-temperature Textures of Parent Phases », *Zeitschrift Fur Metallkunde*, vol. 90, n° 9, p. 738-743, 1999.
- [3] H. J. Bunge, « Texture Analysis — A Method of Nondestructive Characterization of Materials II », in *Nondestructive Characterization of Materials*, Berlin, Heidelberg, 1989, p. 252-266. doi: 10.1007/978-3-642-84003-6_29.
- [4] M. Humbert, N. Gey, et C. Esling, « A non-linear positive method to reconstruct the parent textures from the inherited textures in phase transformation », *J Appl Crystallogr*, vol. 33, n° 2, p. 206-212, avr. 2000, doi: 10.1107/S0021889899014879.
- [5] M. Humbert, N. Gey, B. Gardiola, et C. Esling, « Restitution of high temperature parent textures of bcc and hcp polycrystals by a non-linear positivity method », *Acta Materialia*, vol. 49, n° 3, p. 445-451, févr. 2001, doi: 10.1016/S1359-6454(00)00328-1.
- [6] N. Gey, M. Humbert, et H. Moustahfid, « Study of the $\alpha \rightarrow \beta$ Phase Transformation of a Ti-6Al-4V Sheet by Means of Texture Change », *Scripta mater.* 42 (2000) 525–530
- [7] N. Gey et M. Humbert, « Characterization of the variant selection occurring during the $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ phase transformations of a cold rolled titanium sheet », *Acta Materialia*, vol. 50, n° 2, p. 277-287, janv. 2002, doi: 10.1016/S1359-6454(01)00351-2.
- [8] I. Lonardelli, N. Gey, H.-R. Wenk, M. Humbert, S. C. Vogel, et L. Lutterotti, « In situ observation of texture evolution during $\alpha \rightarrow \beta$ and $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformations in titanium alloys investigated by neutron diffraction », *Acta Materialia*, vol.55, n°17, p. 5718-5727, oct. 2007, doi: 10.1016/j.actamat.2007.06.017.
- [9] Z. Zou, M. Simonelli, J. Katrib, G. Dimitrakakis, et R. Hague, « Refinement of the grain structure of additive manufactured titanium alloys via epitaxial recrystallization enabled by rapid heat treatment », *Scripta Materialia*, vol. 180, p. 66-70, avr. 2020, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.01.027.
- [10] J. Donoghue, A. A. Antonysamy, F. Martina, P. A. Colegrove, S. W. Williams, et P. B. Prangnell, « The effectiveness of combining rolling deformation with Wire-Arc Additive Manufacture on β -grain refinement and texture modification in Ti-6Al-4V », *Materials Characterization*, vol. 114, p. 103-114, avr. 2016, doi: 10.1016/j.matchar.2016.02.001.
- [11] A. E. Davis, A. Caballero, et P. B. Prangnell, « Confirmation of rapid-heating β recrystallization in wire-arc additively manufactured Ti-6Al-4V », *Materialia*, vol. 13, p. 100857, sept. 2020, doi: 10.1016/j.mtla.2020.100857.
- [12] N. Gey, E. Gautier, M. Humbert, A. Cerqueira, J. L. Bechade, et P. Archambault, « Study of the $a=b$ phase transformation of Zy-4 in presence of applied stresses at heating: analysis of the inherited microstructures and textures », *Journal of Nuclear Materials*, p. 10, 2002.
- [13] M. Humbert et N. Gey, « Elasticity-based model of the variant selection observed in the β to α phase transformation of a Zircalloy-4 sample », *Acta Materialia*, vol. 51, n° 16, p. 4783-4790, sept. 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00318-5.
- [14] N. Gey, M. Humbert, E. Gautier, et J. L. Béchade, « Study of the $\beta \rightarrow \alpha$ variant selection for a zircaloy-4 rod heated to the β transus in presence or not of an axial tensile stress »,

- Journal of Nuclear Materials*, vol. 328, n° 2-3, p. 137-145, juill. 2004, doi: 10.1016/j.jnucmat.2004.03.003.
- [15] M. Humbert, H. Moustahfid, F. Wagner and M.J. Philippe « Evaluation of the high temperature texture of the β phase of a TA6V sample from the individual orientations of grains of the low temperature α phase », *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 30, n° 3, p. 377-382, févr. 1994, doi: 10.1016/0956-716X(94)90392-1.
- [16] M. Humbert, F. Wagner, H. Moustahfid, et C. Esling, « Determination of the Orientation of a Parent Beta-Grain from the Orientations of the Inherited Alpha-Plates in the Phase-Transformation from Body-Centered-Cubic to Hexagonal Close-Packed », *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 28, p. 571-576, oct. 1995, doi: 10.1107/S0021889895004067.
- [17] H. Moustahfid, N. Gey, M. Humbert, et M. J. Philippe, « Study of the β - α phase transformations of a Ti-64 sheet induced from a high-temperature β state and a high-temperature $\alpha + \beta$ state », *Metall. Mater. Trans. A*, 1997, vol. 28A, pp. 51–61.
- [18] N. Gey et M. Humbert, « Specific analysis of EBSD data to study the texture inheritance due to the $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation », *Journal of Materials Science* volume 38, pages 1289–1294 (2003)
- [19] L. Germain, « Contribution à l'étude des hétérogénéités de texture des billettes d'IMI 834 », These de doctorat, Metz, 2005. Disponible sur : <https://www.theses.fr/2005METZ0185>
- [20] L. Germain, N. Gey, et M. Humbert, « Reliability of reconstructed β -orientation maps in titanium alloys », *Ultramicroscopy*, vol. 107, n° 12, p. 1129-1135, nov. 2007, doi: 10.1016/j.ultramic.2007.01.012.
- [21] L. Germain, S. R. Dey, M. Humbert, et N. Gey, « Determination of parent orientation maps in advanced titanium-based alloys », *Journal of Microscopy*, vol. 227, n° 3, p. 284-291, 2007, doi: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2007.01812.x>.
- [22] L. Germain, N. Gey, R. Mercier, P. Blaineau, et M. Humbert, « An advanced approach to reconstructing parent orientation maps in the case of approximate orientation relations: Application to steels », *Acta Materialia*, vol. 60, n° 11, p. 4551-4562, juin 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2012.04.034.
- [23] N. Gey, P. Blaineau, L. Germain, M. Humbert, D. Barbier, et A. Perlade, « Restitution of the Shapes and Orientations of the Prior Austenitic Grains from Inherited Alpha' Orientation Maps in Steels », *Solid State Phenomena* Vols. 172-174 (2011) doi: 10.4028/www.scientific.net/SSP.172-174.911.
- [24] É. Boucard, « Étude de l'influence de l'état métallurgique de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase dans les aciers bas carbone », These de doctorat, Université de Lorraine, 2014. Disponible sur: <https://www.theses.fr/2014LORR0245>
- [25] M. G. Glavicic, P.A. Kobryn, T.R. Bieler, S.L. Semiatin, « An automated method to determine the orientation of the high- temperature beta phase from measured EBSD data for the low- temperature alpha-phase in Ti-6Al-4V », *Materials Science and Engineering A351* , p. 258-264, 2003.
- [26] C. Cayron, B. Artaud, et L. Briottet, « Reconstruction of parent grains from EBSD data », *Materials Characterization*, vol. 57, n° 4-5, p. 386-401, déc. 2006, doi: 10.1016/j.matchar.2006.03.008.

- [27] P. S. Davies, « An investigation of microstructure and texture evolution in the Near- α titanium alloy timetal 834. », phd, University of Sheffield, 2009. Disponible sur: <https://etheses.whiterose.ac.uk/12805/>
- [28] G. Miyamoto, N. Iwata, N. Takayama, et T. Furuhashi, « Mapping the parent austenite orientation reconstructed from the orientation of martensite by EBSD and its application to ausformed martensite », *Acta Materialia*, vol. 58, n° 19, p. 6393-6403, nov. 2010, doi: 10.1016/j.actamat.2010.08.001.
- [29] N. Bernier, L. Bracke, L. Malet, et S. Godet, « An alternative to the crystallographic reconstruction of austenite in steels », *Materials Characterization*, vol. 89, p. 23-32, mars 2014, doi: 10.1016/j.matchar.2013.12.014.
- [30] T. Nyyssönen, T. Peura, & V-T Kuokkala (2018). "Crystallography, morphology, and martensite transformation of prior austenite in intercritically annealed high-aluminum steel" *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 49(12), 6426-6441. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4904-9>
- [31] C.-Y. Huang, « New protocol for orientation reconstruction from martensite to austenite in steels », *Materialia* 9 (2020) 100554, <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100554>
- [32] A. Zaitzeff, A. Pilchak, T. Berman, J. Allison, et S. Esedoglu, « A robust algorithm to calculate parent β grain shapes and orientations from α phase electron backscatter diffraction data in α/β -titanium alloys », *Scripta Materialia*, vol. 191, p. 191-195, janv. 2021, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.09.038.
- [33] Frank Niessen, Tuomo Nyyssönen², Azdiar A. Gazder, Ralf Hielscher, "Parent grain reconstruction from partially or fully transformed microstructures in MTEX" pré-print 2021
- [34] M. Humbert, F. Wagner, et C. Esling, « Numbering the crystallographic variants in phase transformation », *J Appl Crystallogr*, vol. 25, n° 6, p. 724-730, déc. 1992, doi: 10.1107/S0021889892005375.
- [35] M. Humbert, F. Wagner, et H. Moustahfid, C. Esling, « Determination of the Orientation of a Parent β Grain from the Orientations of the Inherited α Plates in the Phase Transformation from Body-Centred Cubic to Hexagonal Close Packed », *Vol.28, Issue5, October 1995, Pages 571-576*, <https://doi.org/10.1107/S0021889895004067>
- [36] M. Humbert et N. Gey, « The calculation of a parent grain orientation from inherited variants for approximate (b.c.c.–h.c.p.) orientation relations », *J Appl Crystallogr*, vol. 35, n° 4, p. 401-405, août 2002, doi: 10.1107/S0021889802005824.
- [37] M. Humbert, N. Gey, J. Muller, et C. Esling, « Determination of a mean orientation from a cloud of orientations. Application to electron back-scattering pattern measurements », *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 29, p. 662-666, déc. 1996, doi: 10.1107/S0021889896006693.
- [38] H. Sato et S. Zaeferrer, « A study on the formation mechanisms of butterfly-type martensite in Fe–30% Ni alloy using EBSD-based orientation microscopy », *Acta Materialia*, vol. 57, n° 6, p. 1931-1937, avr. 2009, doi: 10.1016/j.actamat.2008.12.035.
- [39] T. Furuhashi, H. Kawata, S. Morito, G. Miyamoto, et T. Maki, « Variant Selection in Grain Boundary Nucleation of Upper Bainite », *Metall and Mat Trans A*, vol. 39, n° 5, p. 1003-1013, mai 2008, doi: 10.1007/s11661-008-9510-9.

- [40] L. Germain, D. Kratsch, M. Salib, et N. Gey, « Identification of sub-grains and low angle boundaries beyond the angular resolution of EBSD maps », *Materials Characterization*, vol. 98, p. 66-72, déc. 2014, doi: 10.1016/j.matchar.2014.10.007.
- [41] M. Humbert, P. Blaineau, L. Germain, et N. Gey, « Refinement of orientation relations occurring in phase transformation based on considering only the orientations of the variants », *Scripta Materialia*, vol. 64, n° 2, p. 114-117, janv. 2011, doi: 10.1016/j.scriptamat.2010.09.016.
- [42] M. Humbert, L. Germain, N. Gey, et E. Boucard, « Evaluation of the orientation relations from misorientation between inherited variants: Application to ausformed martensite », *Acta Materialia*, vol. 82, p. 137-144, janv. 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2014.09.007.
- [43] L. Germain, N. Gey, et M. Humbert, « Reconstruction of deformed parent grains from microstructure inherited by phase transformations », *Scripta Materialia*, vol. 158, p. 91-94, janv. 2019, doi: 10.1016/j.scriptamat.2018.08.042.
- [44] N. Takayama, G. Miyamoto, et T. Furuhashi, « Effects of transformation temperature on variant pairing of bainitic ferrite in low carbon steel », *Acta Materialia*, vol. 60, n° 5, p. 2387-2396, mars 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2011.12.018.
- [45] G. Miyamoto, N. Iwata, N. Takayama, et T. Furuhashi, « Quantitative analysis of variant selection in ausformed lath martensite », *Acta Materialia*, vol. 60, n° 3, p. 1139-1148, févr. 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2011.11.018.
- [46] C. Cayron, « EBSD imaging of orientation relationships and variant groupings in different martensitic alloys and Widmanstätten iron meteorites », *Materials Characterization*, vol. 94, p. 93-110, août 2014, doi: 10.1016/j.matchar.2014.05.015.
- [47] H. Kitahara, R. Ueji, N. Tsuji, et Y. Minamino, « Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel », *Acta Materialia*, vol. 54, n° 5, p. 1279-1288, mars 2006, doi: 10.1016/j.actamat.2005.11.001.
- [48] T. Furuhashi, H. Kawata, S. Morito, et T. Maki, « Crystallography of upper bainite in Fe-Ni-C alloys », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 431, n° 1-2, p. 228-236, sept. 2006, doi: 10.1016/j.msea.2006.06.032.
- [49] M. Ben Haj Slama, « Étude multi-échelle et in situ des évolutions microstructurales en conditions isothermes d'aciers bainitiques en lattes », *These de doctorat, Université de Lorraine*, 2018. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2018LORR0042>
- [50] M. Ben Haj Slama, N. Gey, L. Germain, J. C. Hell, K. Zhu, et S. Allain, « Fast Granularization of Lath-Like Bainite in FeNiC Alloys During Isothermal Holding at Ms+20 K (+20 °C) », *Metall and Mat Trans A*, vol. 47, n° 1, p. 15-18, janv. 2016, doi: 10.1007/s11661-015-3209-5.
- [51] M. Ben Haj Slama, N. Gey, L. Germain, K. Zhu, et S. Allain, « Key Parameters to Promote Granularization of Lath-Like Bainite/Martensite in FeNiC Alloys during Isothermal Holding », *Materials*, vol. 11, n° 10, p. 1808, sept. 2018, doi: 10.3390/ma11101808.
- [52] X. Boyat, D. Ballat-Durand, J. Marteau, S. Bouvier, J. Favregeon, A. Orekhov, D. Schryvers « Interfacial characteristics and cohesion mechanisms of linear friction welded dissimilar titanium alloys: Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr (Ti17) and Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo (Ti6242) », *Materials Characterization*, vol. 158, p. 109942, déc. 2019, doi: 10.1016/j.matchar.2019.109942.

- [53] C. Schneider-Maunoury, L. Weiss, P. Acquier, D. Boisselier, et P. Laheurte, « Functionally graded Ti6Al4V-Mo alloy manufactured with DED-CLAD® process », *Additive Manufacturing*, vol. 17, p. 55-66, oct. 2017, doi: 10.1016/j.addma.2017.07.008.
- [54] C. de Formanoir, S. Michotte, O. Rigo, L. Germain, et S. Godet, « Electron beam melted Ti-6Al-4V: Microstructure, texture and mechanical behavior of the as-built and heat-treated material », *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, vol. 652, p. 105-119, janv. 2016, doi: 10.1016/j.msea.2015.11.052.
- [55] M. M. Amrei, H. Monajati, D. Thibault, Y. Verreman, L. Germain, et P. Bocher, « Microstructure characterization and hardness distribution of 13Cr4Ni multipass weld metal », *Materials Characterization*, vol. 111, p. 128-136, janv. 2016, doi: 10.1016/j.matchar.2015.11.022.
- [56] I. Lischewski, D. M. Kirch, A. Ziemons, et G. Gottstein, « Investigation of the $\alpha - \gamma - \alpha$ Phase Transformation in Steel: High-Temperature In Situ EBSD Measurements », *Texture, Stress, and Microstructure*, vol. 2008, p. 1-7, 2008, doi: 10.1155/2008/294508.
- [57] M. Wakita et S. Suzuki, « In-situ Observation of Microstructure Change in Steel by EBSD » 2017. Nippon Steel & Sumitomo Metal Technical Report No. 114 MARCH 2017, p.32
- [58] G. Saito et al., « In-situ observation of abnormal grain growth in a low-alloyed carbon steel using SEM-EBSD », *Materialia*, vol. 15, p. 100985, mars 2021, doi: 10.1016/j.mtla.2020.100985.
- [59] H. Farahani, G. Zijlstra, M. G. Mecozzi, V. Ocelík, J. T. M. D. Hosson, et S. van der Zwaag, « In Situ High-Temperature EBSD and 3D Phase Field Studies of the Austenite–Ferrite Transformation in a Medium Mn Steel », *Microscopy and Microanalysis*, vol.25, n°3, p. 639-655, juin 2019, doi: 10.1017/S143192761900031X.

Table des matières

Introduction	3-1
III. 1 La microscopie à double faisceaux pour la nanotomographie	3-3
III.1.1 L'imagerie 3D par FIB	3-3
Principe et configuration mise en place au LEM3	3-3
Exemple d'application 1 : Précipitation α aux joints β/β dans l'alliage de titane Ti-17	3-5
Exemple d'application 2 : Microstructure sous un site d'amorçage de fissure en fatigue alliage de Titane Ti-10-2-3	3-6
III.1.2 Développement de l'EBSD 3D en condition statique	3-8
L'EBSD 3D : le principe et un petit historique	3-8
Notre configuration : EBSD 3D statique	3-9
Exemple d'application : validation de la qualité de la reconstruction	3-12
III.1.3 Bilan de notre expertise et évolution récente	3-15
Bilan de notre expertise	3-15
L'évolution récente de notre dispositif	3-15
Exemple d'application : Caractérisation 3D de la microstructure d'un composite à matrice ferritique avec des renforts TiB_2	3-17
III.2 Acquisition de clichés SACP sur colonne électronique dernière génération pour l'imagerie en contraste de canalisation (ECCI)	3-19
III.2.1 Ce qui a motivé notre développement	3-19
III.2.2 Principe du mode 'Rocking Beam' développé sur colonne GEMINI	3-20
III.2.3 Caractéristiques des clichés HR-SACP	3-22
Ouverture angulaire	3-22
Résolution spatiale	3-23
III.2.4 Application à l'acquisition d'images A-ECCI pour l'analyse de sous-joints de faible désorientation dans l'oxyde d'uranium	3-24
Mise en œuvre de l'imagerie ECCI	3-24
Visualisation d'arrangements de dislocations en joints de très faible désorientation	3-25
Identification de dislocations à partir de critères d'invisibilité	3-27
Conclusions et perspectives	3-29
Références Bibliographiques	3-31

Chapitre III.

Développement de Techniques Innovantes en Microscopie d'Orientation – Exemples d'applications

Introduction

En parallèle des progrès de la technique EBSD elle-même, il y a eu ces dernières années, un développement important d'approches complémentaires et innovantes en microscopie d'orientation. Ces nouvelles approches élargissent le champ d'application des cartes d'orientations, en améliorant leur résolution spatiale ou leur résolution angulaire par rapport à l'EBSD standard ou encore l'étendent vers des analyses tridimensionnelles. La tendance a aussi été de coupler l'EBSD à d'autres techniques afin d'enrichir les caractérisations. Parmi les développements réalisés (sans que cette liste soit exhaustive), on peut citer :

- *la technique TKD – Transmission Kikuchi Diffraction [1] [2] [3]*
- *les cartographies d'orientations en Microscopie Electronique à Transmission [4] [5]*
- *la « cross corrélation » des clichés EBSD pour l'analyse des déformations élastiques [6] [7] [8] [9] [10] [11]*
- *l'imagerie d'orientation à partir du profil d'intensité des électrons rétrodiffusés [12] [13]*
- *le couplage des données EBSD avec les données de composition chimique [14] [15] [16] [17] [18]*
- *l'Imagerie Haute Résolution en Contraste de Canalisation des Electrons ECCI [19] [20] [21] [22]*
- *l'EBSD - 3D pour une analyse tri-dimensionnelle de la microstructure [23] [24] [25].*

Mes travaux de recherche ont contribué à cette dynamique par des développements et des applications originales concernant principalement ces deux derniers volets qui sont détaillés dans les parties suivantes. Parallèlement différentes études m'ont conduit à exploiter le couplage de l'EBSD avec d'autres techniques.

Ainsi, nous avons montré que le couplage du signal de diffraction des électrons rétrodiffusés avec la chimie locale déduite d'un spectre EDS améliore significativement la caractérisation des joints brasés de superalliages base Nickel, en particulier pour l'identification des borures de taille micrométrique [26].

Dans le cadre du post-doctorat de Taylan Ors [2014-2016] (ANR ASZTECH en collaboration avec Olivier Castelnau PIMM et René Guinebretière SPCTS Limoges), une technique originale appelée 'EBSD assisted Laue microdiffraction' a été développée pour aider à l'indexation des clichés de Laue à partir de l'orientation précédemment déduite de l'EBSD sur une zirconite monoclinique et ainsi être en mesure d'estimer les déformations induites par la transformation de phase à l'échelle de la microstructure [27] [28]. En fait la microdiffraction Laue est une technique bien établie pour mesurer des déformations élastiques sur des matériaux à symétrie cristalline simple (cubique en particulier) et présentant des gros grains. Par contre, des limitations importantes sont à surmonter lorsqu'on souhaite appliquer la technique à des matériaux de plus basse symétrie (ici monoclinique) et avec des grains de taille inférieure au volume irradié (ici la structure de transformation martensitique est sub-micronique).

La suite du chapitre détaille les développements et applications qui ont été réalisés d'une part dans le domaine de la nanotomographie FIB et plus particulièrement le développement de l'EBSD 3D en condition statique et d'autre part en Imagerie Accurate-ECCI (Electron Channeling Contrast Imaging) avec le développement d'une nouvelle approche pour l'acquisition de clichés HR-SACP (High Resolution- Selected Area Channeling Pattern).

III. 1 La microscopie à double faisceaux pour la nanotomographie

Ces dernières années, j'ai fait évoluer les compétences du LEM3 en microscopie électronique à balayage vers la caractérisation tridimensionnelle des microstructures par l'acquisition d'un microscope électronique à balayage équipé d'une colonne à faisceau d'ions Galium focalisés (noté dans la suite FIB pour 'Focused Ion Beam') et des développements dédiés à nos applications en nanotomographie.

Pour certaines études, des analyses tri-dimensionnelles sont essentielles pour comprendre les mécanismes en jeu. Parmi les thématiques de recherche concernées, on peut citer : l'analyse de microstructures de morphologies complexes, l'analyse de la distribution de précipités ou de porosités, la localisation de sites de germination, l'étude de l'amorçage et de la propagation de fissures. L'apport des données 3D se situe aussi dans la possibilité d'analyser des interfaces et de connaître l'environnement complet d'un point d'intérêt (par exemple d'un site de germination, d'un site d'amorçage d'une fissure et son chemin de propagation). L'analyse tomographique peut ensuite servir de donnée d'entrée d'une modélisation micromécanique.

Dans ce contexte, j'ai géré l'achat d'un équipement 'prototype' pour des applications en imagerie 3D et des développements en acquisition de données EBSD 3D en condition statique, en partenariat avec la société Zeiss et Bruker (dans un premier temps). Notre choix s'est porté sur un MEB-FIB Zeiss Auriga 40 équipé d'une chambre prototype qui a été installée fin août 2012 (incluant le système d'injection de gaz à 5 buses pour la réalisation des dépôts et un micromanipulateur). En juillet 2013, j'ai participé au recrutement de Julien Guyon, ingénieur de recherche aujourd'hui en charge du FIB et de l'ensemble de nos MEBs et qui contribue largement aux développements de nos techniques d'analyse.

Dans la suite, nous rappelons le principe de la microscopie à double faisceaux pour l'imagerie tri-dimensionnelle et décrivons notre retour expérience avec notre dispositif en présentant quelques volumes 3D reconstruits. Ensuite, nous détaillons nos développements spécifiques pour réaliser des analyses en EBSD 3D en condition statique avec un premier exemple de validation avant de décrire les évolutions récentes de notre dispositif pour gagner en qualité et en fiabilité.

III.1.1 L'imagerie 3D par FIB

Principe et configuration mise en place au LEM3

Un MEB couplé à une colonne FIB permet une caractérisation tridimensionnelle de la microstructure à partir de coupes sériées (donc de façon destructive). Les premiers articles qui décrivent l'utilisation des colonnes FIB pour des coupes sériées ont été publiés en 1998 et au début des années 2000 [29] [30].

Le dispositif est automatisé pour :

- (1) découper des sections d'une certaine épaisseur avec le faisceau d'ions Gallium Ga^+ en mode rasant pour limiter l'implantation d'ions,
- (2) collecter des images de ces mêmes sections à l'aide de la colonne électronique équipée de détecteurs d'électrons dédiés.

Les volumes analysés sont très limités et correspondent au maximum à des cubes de $50\mu m$ d'arête. Par contre, la résolution spatiale est élevée avec des valeurs « standard » de 10 à 20nm. Ces images sont ensuite traitées dans un logiciel d'analyse et de traitement d'images tel que par exemple Avizo/Amira, Dragonfly, ImageJ pour reconstruire l'ensemble du volume pour analyse ultérieure. Il s'agit d'opérations d'alignement des sections, de traitements d'images pour réduire les effets rideaux ou encore pour optimiser les variations de niveaux de gris.

La figure 3.1 présente la configuration de travail pour notre équipement. L'échantillon est incliné d'un angle de 54° par rapport au faisceau d'électrons incidents. Dans cette position, la surface de l'échantillon fait face au faisceau FIB. Ce dernier va venir dégager une section perpendiculaire à la surface de l'échantillon en incidence rasante, section qui sera imagée par la colonne électronique (Figure 3.1b). L'échantillon est en position statique, ce qui signifie qu'aucun mouvement d'échantillon n'est réalisé entre la coupe et l'imagerie. La zone d'intérêt sur l'échantillon est positionnée au point de coïncidence des deux colonnes, ce qui correspond à une distance de travail de 5mm sur notre dispositif.

Pour améliorer la qualité de la coupe au FIB en évitant les effets 'rideaux' et l'implantation d'ions, une couche de protection (en général un dépôt carbone suivi d'un dépôt platine) est déposée sur la surface de l'échantillon qui fait face au FIB. Elle est réalisée à l'aide d'un système d'injection de gaz qui équipe classiquement un MEB FIB. Enfin, en amont de ce dépôt qui couvre le volume à découper au FIB, on dégage grossièrement un volume de matière suivant une forme trapézoïdale pour dégager la section d'intérêt vis-à-vis du MEB et accueillir toute la re-déposition au cours de la coupe FIB.

Pour illustrer en image l'ensemble de ces étapes, j'ai fait réaliser [une vidéo de présentation de la nanotomographie par MEB-FIB](http://videos.univ-lorraine.fr/index.php?act=view&id=817), accessible sur le serveur de l'université de Lorraine (<http://videos.univ-lorraine.fr/index.php?act=view&id=817>).

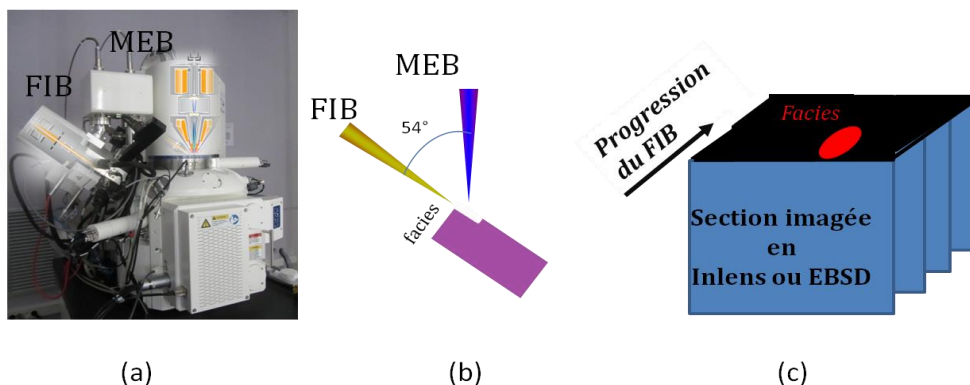


Figure 3.1 : Le MEB-FIB appliqué à la reconstruction tridimensionnelle de la microstructure : (a) Microscope AURIGA 40 avec les colonnes FIB et MEB (b) Schéma montrant la position de l'échantillon et la section d'analyse vis à vis des deux colonnes (c) Schéma de la reconstruction 3D.

Exemple d'application 1 : précipitation α aux joints β/β dans l'alliage de titane Ti-17

Le premier exemple d'acquisition 3D s'intègre dans les travaux de recherche du post-doctorat de Liu Tao [2015-2017] sur l'étude de la précipitation intergranulaire de la phase α aux joints de grains β dans l'alliage Ti-17. L'essentiel de l'étude a consisté à étudier les critères de sélection des variants α_{GB} aux joints de grains en fonction des caractéristiques du joint, accessibles à partir d'analyses 2D (voir § chapitre I.2).

Dès les premiers stades de la déformation, certains joints β/β sont déjà fortement décorés par une précipitation α parfois discontinue en 2D le long du joint et qui induit une morphologie en « zig-zag » du joint. La nanotomographie FIB a alors été appliquée à titre exploratoire pour imager cette précipitation en 3D et mieux connaître ses caractéristiques morphologiques avec une éventuelle connectivité en 3D.

La figure 3.2 présente le joint de grains β/β qui a été analysé en imagerie FIB, joint partiellement décoré par une précipitation α_{GB} discontinue (3.2a). Le volume analysé est de $50*20*20 \mu\text{m}^3$ avec une taille de voxel de 20nm (3.2b). Le traitement des images a permis de segmenter la précipitation intragranulaire (3.2c). Le résultat est mieux restitué sous forme de [vidéo](https://youtu.be/TNQj_Lm9HRI) (https://youtu.be/TNQj_Lm9HRI)

Cet exemple illustre la qualité des reconstructions 3D offerte par la nanotomographie FIB avec une résolution spatiale de l'ordre de la dizaine de nanomètres. Sur cet exemple, on constate peu de dérive en imagerie ce qui facilite la reconstruction du volume sans introduire d'artéfacts lors de l'empilement des images successives. Cela atteste de la stabilité de la configuration « statique » couplée à une installation spécifique de notre microscope qui limite les perturbations (aspect détaillé dans la section III.1.2).

Cette analyse 3D exploratoire confirme une germination hétérogène multiple le long du joint avec un mouillage du joint sur de courtes longueurs provoquant une courbure du joint et très rapidement une déstabilisation de l'interface β/α pour une croissance lamellaire de la phase α , probablement dans le grain β avec lequel le variant α_{GB} est en relation de Burgers.

Ce type d'analyse nano-tomographique au FIB mériterait d'être étendu à différentes configurations de joints de grains β . Il complète les travaux en imagerie 3D réalisés à partir de coupes sériées obtenues par polissage manuel, publiés par les chercheurs de l'Université de Gent [31] ou réalisés dans le cadre de la thèse de Mathieu Salib [32] à l'Institut Jean Lamour en partenariat avec notre équipe au LEM3. Ces approches offrent certes d'explorer des volumes plus importants mais au détriment de la résolution spatiale et sont extrêmement chronophages.

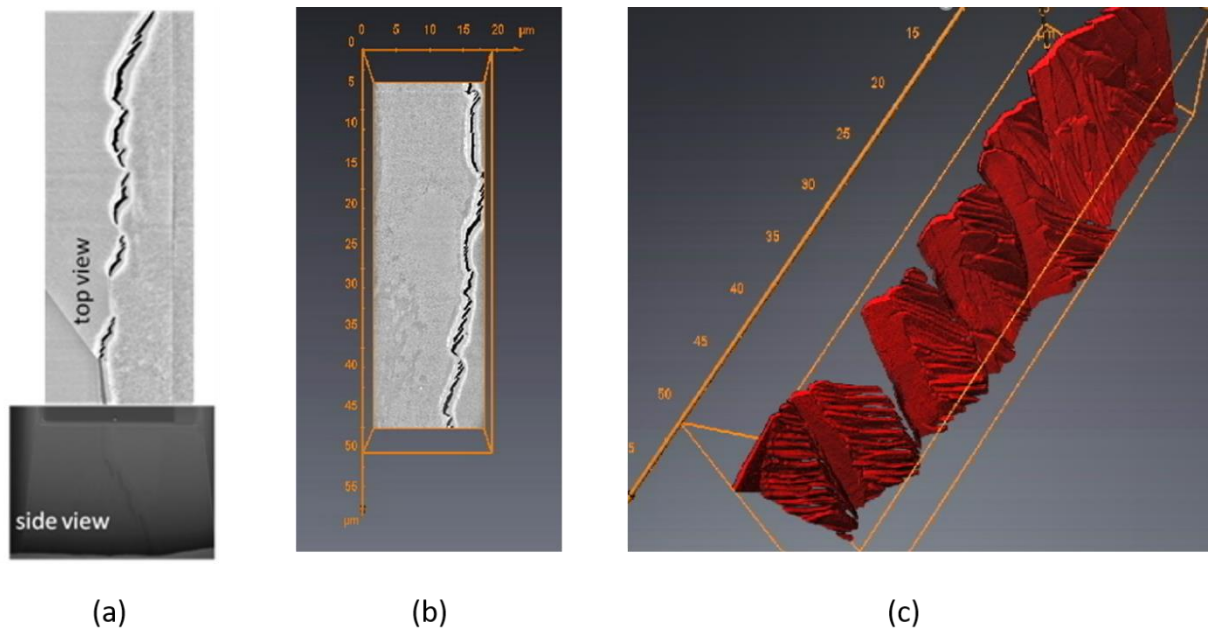


Figure 3.2 : Nanotomographie de la précipitation α intergranulaire au niveau d'un joint β/β de l'alliage Ti-17 (a) Vue 2d du joint partiellement décoré par une précipitation α discontinue (top view) et vue de la coupe FIB sur la section perpendiculaire imagée au MEB avec le détecteur InLens (side view) – condition MEB : 2kV- 400pA, 50s d'intégration, (b) Volume 3D reconstruit de 50*20*20 (en μm) – taille de voxel : 20nm, (c) Segmentation de la précipitation intergranulaire.

Exemple d'application 2 : Microstructure sous un site d'amorçage de fissure en fatigue - Alliage de Titane Ti-10-2-3

Le deuxième exemple d'acquisition 3D s'intègre dans les travaux de thèse CIFRE de Maria Rita Chini financés par SAFRAN LANDING SYSTEM [2015-2018] (thèse classée confidentielle). Ils portent sur les hétérogénéités de microstructure dans des pièces massives en alliage Ti-10V-2Fe-3Al et leur influence sur la dispersion des propriétés mécaniques (traction et fatigue) (voir chapitre I.3.2)

L'imagerie 3D a été réalisée ici au niveau d'un site d'amorçage en fatigue dans le but d'analyser la microstructure sous-jacente. Cette microstructure de l'alliage est complexe. Elle comprend des nodules α_p (Φ 2 à 5 μm). Ces derniers se localisent aux ex-joints de grains β (Φ 5 à 10 μm) partiellement transformés en lamelles α secondaires (α_s) organisées localement en colonies ou en panier tressé ou formant un liseré aux ex-grains β (α_{sgb}).

La figure 3.3 sélectionne parmi l'ensemble des coupes réalisées pour traverser le site, deux coupes transverses au niveau des plans notés C et D (localisés en pointillé sur le site d'amorçage). On y repère aussi sur les deux plans d'observation les éléments caractéristiques de la microstructure (voir les flèches de couleur).

D'autres analyses 3D au niveau de sites d'amorçage sont disponibles sous forme de [vidéo](https://youtu.be/KYGVsSF27Y0) (<https://youtu.be/KYGVsSF27Y0>)

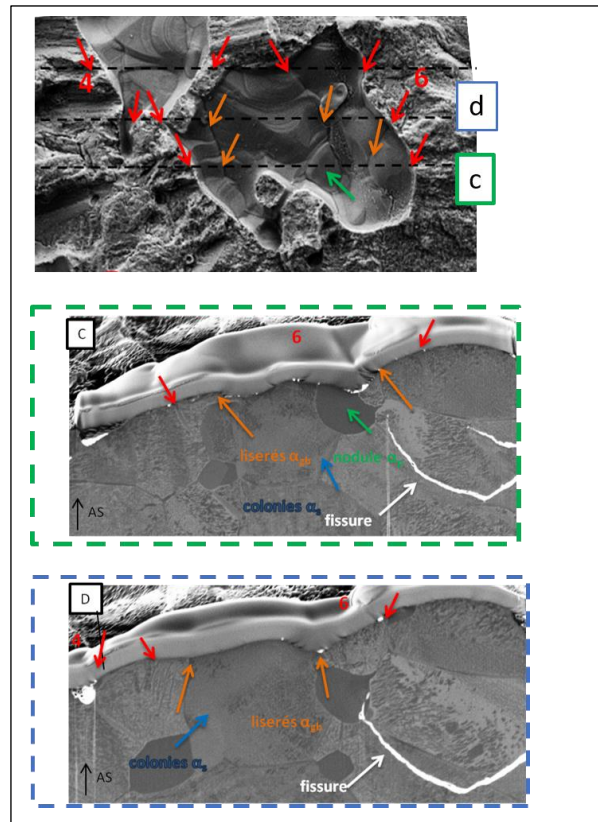


Figure 3.3 : Analyse 3D à travers un site d'amorçage de fissure – Alliage de Titane Ti-10V-2Fe-3Al - Vue du faciès de rupture en fatigue avec la localisation en pointillée de plans de coupe au FIB particuliers notés (c), (d) et les micrographies MEB associées révélant la microstructure sous-jacente. Les flèches de couleur rouge indiquent les frontières du site, les flèches orange des sous-joints β et la flèche verte un nodule α_p – taille de voxel :15nm

Cette analyse montre que les sillons observés au sein des sites sur le faciès brut (flèches de couleur orange dans la Figure 3.3) correspondent bien à des sous-joints β décorés par des liserés α_{SGB} , comme montré dans les plans de coupe C et D. Les limites des sites correspondent à une grande variété de frontières : soit entre deux colonies α_s , soit entre deux configurations morphologiques de lamelles α_s différentes (colonie/panier tressé), soit à des sous-joints β décorés d'un liseré α_{SGB} , soit à des interfaces nodules α_p /matrice β transformée.

Le volume analysé révèle également une fissure (repérée par des flèches blanches) pour laquelle l'imagerie 3D permet de suivre le chemin de propagation. Elle se propage dans le volume en suivant des sous-joints β (plan C) ou une frontière entre deux configurations de lamelles α_s différentes (plans C et D) et contourne les nodules α_p (plan D).

Cet exemple confirme à nouveau que les analyses nano-tomographiques au FIB enrichissent nos analyses fractographiques 2D pour une meilleure compréhension de la complexité et de la variété des microstructures conduisant à l'amorçage et la propagation des fissures.

III.1.2 Développement de l'EBSD 3D en condition statique

L'EBSD 3D : le principe et un petit historique

Sur le même principe que l'imagerie 3D, il est possible d'acquérir des cartes EBSD sur les différentes sections dégagées par le FIB. Les premiers développements ont été proposés par J.L. Mulders et A.P. Day en 2005 [23] suivis par d'autres équipes [33] [34] [25].

L'EBSD 3D ouvre de nouvelles perspectives de caractérisation des microstructures en 3D [35]. Elle complète évidemment l'imagerie 3D par l'information d'orientations et l'identification des phases. On peut par exemple citer le cas assez simple des aciers austénite-ferritique (acier duplex) pour lesquels l'imagerie 3D ne permettra pas d'identifier l'austénite au sein d'une matrice ferrite (les deux phases ne présentant pas suffisamment de contraste chimique).

Au-delà, l'EBSD 3D doit théoriquement permettre d'analyser la nature des joints de grains. Un joint de grain se décrit à partir de 5 paramètres ; trois représentant la désorientation et deux représentant le plan du joint repéré par sa normale, ce dernier devenant accessible avec l'EBSD 3D. L'accès à des informations dans la 3^{ème} dimension devrait aussi permettre d'affiner l'analyse des densités de dislocations géométriquement nécessaires. En effet, en 3D, il est possible de déduire des mesures d'orientations toutes les composantes du tenseur de Nye, alors que l'analyse 2D se limite à 5 composantes [36] [37].

La configuration standard pour l'acquisition des données est dite « en rotation » avec la caméra EBSD positionnée sous la colonne FIB (voir figure 3.4a). Aussi l'acquisition de données EBSD 3D passe toujours par des mouvements importants de l'échantillon (rotation de 180°+ mouvement en Z) pour basculer de la position « coupe ionique » à la position « mesure EBSD ». Un marqueur est gravé sur la couche protectrice (dépôt carbone ou platine déjà mentionné en mode imagerie en section III.1.1) pour repositionner l'analyse par le déplacement du faisceau électronique et ionique sur la même zone, après chaque mouvement.

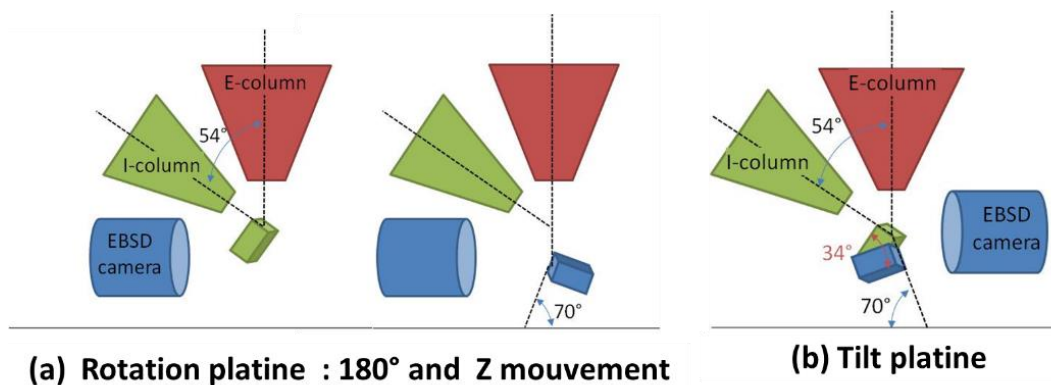


Figure 3.4 : Différentes configurations pour l'acquisition des données EBSD – 3D

On comprend aisément que cela rajoute des imprécisions importantes dans l'alignement des plans de coupe par rapport à l'image 3D qui se pratique en condition statique. Pour réduire les mouvements d'échantillon, Zaefferer a proposé une configuration dite « en tilt » pour laquelle la caméra fait face à la colonne ionique (voir figure 3.4b) [25]. Cependant cela nécessite une sur-platine avec un tilt de haute précision.

Notre configuration : EBSD 3D statique

Lorsque nous nous sommes lancés dans l'aventure de la nano-tomographie FIB incluant l'EBSD 3D, nous avons considéré que les mouvements d'échantillons requis pour l'acquisition de données EBSD 3D limitaient la précision des données. Par conséquent, nous nous sommes orientés vers le développement d'une nouvelle configuration dite 'statique' en collaboration avec la société ZEISS (fournisseur de microscope) et avec la société Bruker (fournisseur EBSD). L'ensemble du travail réalisé est décrit dans [38].

La position statique doit permettre d'acquérir des données EBSD et de réaliser la coupe FIB sans aucun mouvement de l'échantillon en travaillant au point de coïncidence des deux colonnes. Pour cela, la configuration géométrique doit satisfaire les deux conditions suivantes :

- (1) La normale N à la surface de l'échantillon doit faire un angle de 70° avec la direction E du faisceau électronique (condition standard pour l'EBSD)
- (2) La direction I du faisceau ionique doit être parallèle à la surface de l'échantillon, donc perpendiculaire à sa normale N

La condition (1) pour l'EBSD – illustrée Figure 3.5a – impose que N soit sur un cône d'axe E et d'ouverture angulaire 2θ avec $\theta=70^\circ$. La condition (2) force N à être dans le plan perpendiculaire à I comme illustré Figure 3.5b. La combinaison de ces deux conditions donne deux solutions géométriques pour la position de la normale N de l'échantillon, comme indiqué Figure 3.5c,d. Cette position dépend uniquement de l'angle θ_{FIB} entre les deux colonnes. La position de l'échantillon détermine ensuite la position optimale de l'axe optique de la caméra dans le plan (X,Y) du microscope, perpendiculaire à Z l'axe optique de la colonne électronique. La position de la caméra le long de l'axe Z est ensuite optimisée par rapport au point de coïncidence des deux colonnes, point source du signal EBSD au sein de l'échantillon. Idéalement, ce point source doit se projeter à $1/3$ de la hauteur de l'écran de détection (à partir du haut de l'écran).

Cette configuration a été mise en œuvre sur une version modifiée du MEB ZEISS - AURIGA 40. Pour ce microscope, le point de coïncidence entre les deux colonnes est à une distance de focalisation (WD) de 5mm et l'angle entre les deux colonnes électronique et ionique est de 54° . Cela définit deux positions possibles pour la caméra EBSD à $\varphi_1=-15.3^\circ$ et $\varphi_2=180+15.3^\circ$.

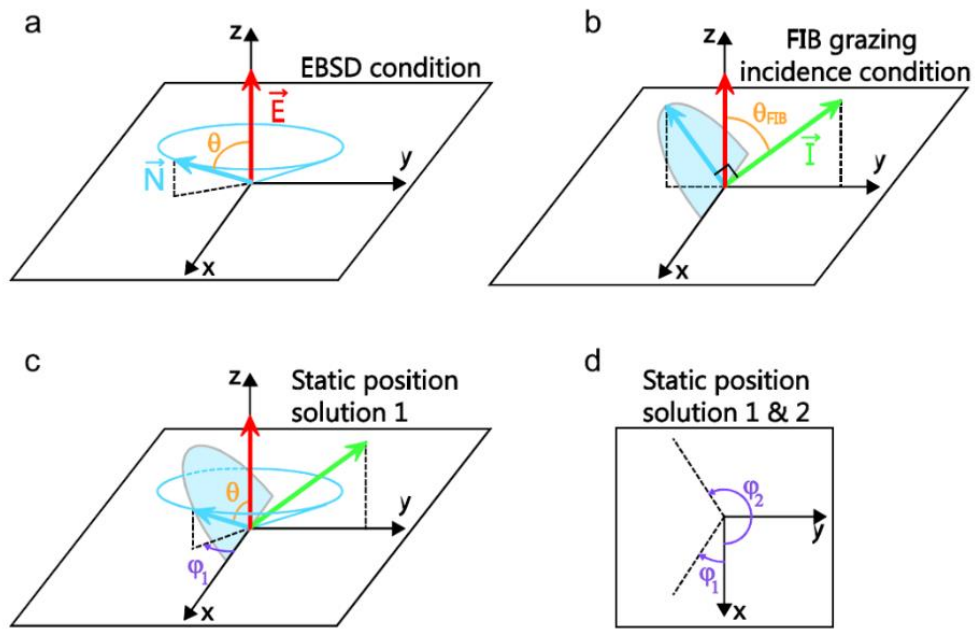


Figure 3.5 : Illustration de la configuration géométrique de l'EBS 3D en condition statique. Condition géométrique à respecter pour l'EBS (a) et pour l'abrasion FIB en incidence rasante (b). L'échantillon est repéré par sa normale N (E et I indiquent respectivement la direction du faisceau électronique et ionique). (c) Visualisation de la 1^{er} solution possible pour la position de l'échantillon et (d) Projection des deux solutions dans le plan (x,y)

Dans le cadre d'un partenariat avec la société ZEISS, une chambre de l'AURIGA 40 a été reconçue afin qu'elle soit compatible avec la mise en place de la caméra à l'angle $\varphi_1 = -15.3^\circ$, comme visualisé Figure 3.6. Pour réaliser cette implantation de la caméra, il a fallu déplacer la position de deux ports à l'arrière de la chambre et reconcevoir le frein magnétique également positionné à l'arrière de la chambre qui assure la stabilité de la platine.

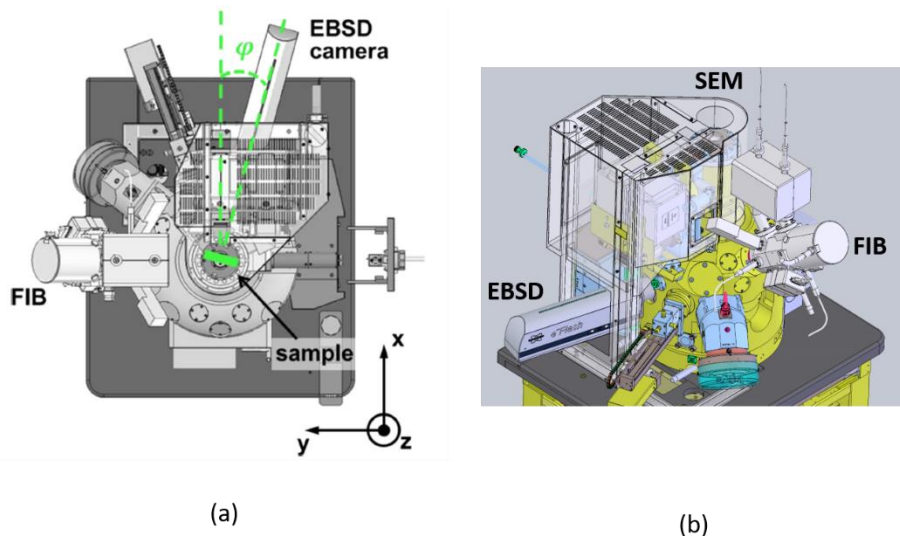


Figure 3.6 : Mise en œuvre de la configuration statique de l'EBS 3D sur une version modifiée de la chambre du microscope AURIGA 40 – ZEISS : (a) schéma - vue de dessus, (b) schéma - vue globale depuis l'arrière de la chambre.

Le microscope a été équipé en premier lieu d'une caméra commercialisée par la société Bruker. La géométrie conique de la pièce polaire de l'AURIGA 40 avec une faible ouverture angulaire et la forme rectangulaire de l'écran phosphore de la caméra permet d'approcher la caméra très près de l'échantillon à la distance de travail de 5mm (point de coïncidence de notre dispositif) pour capter le signal EBSD sur une large ouverture angulaire.

Dans la géométrie statique, la position de l'échantillon est tout de même un peu atypique. Déjà l'inclinaison de l'échantillon à 70° ne se fait pas suivant l'axe d'inclinaison de la platine, ce qui impose comme dans les autres configurations « en rotation ou en tilt » de travailler avec un porte-échantillon pré-tilté. Par conséquent, pour appliquer la bonne correction d'inclinaison de 70°, il est nécessaire d'aligner le balayage (x,y) des bobines de déflexion du faisceau électronique avec le repère attaché au porte-échantillon (cela se réalise avec la fonction 'scan rot').

Un deuxième aspect un peu déroutant de la configuration statique concerne la zone d'interaction du faisceau d'ions sur l'échantillon, illustrée Figure 3.7. En effet l'angle d'incidence du faisceau d'ions va faire un angle θ_i de 38.5° par rapport à la direction d'inclinaison de l'échantillon (Figure 3.7 a,b). Pour rester dans la géométrie de l'échantillon, il nous arrive couramment d'orienter l'échantillon sur le porte échantillon pour ramener approximativement les axes principaux de l'échantillon perpendiculaires au faisceau d'ions, comme indiqué Figure 3.7c.

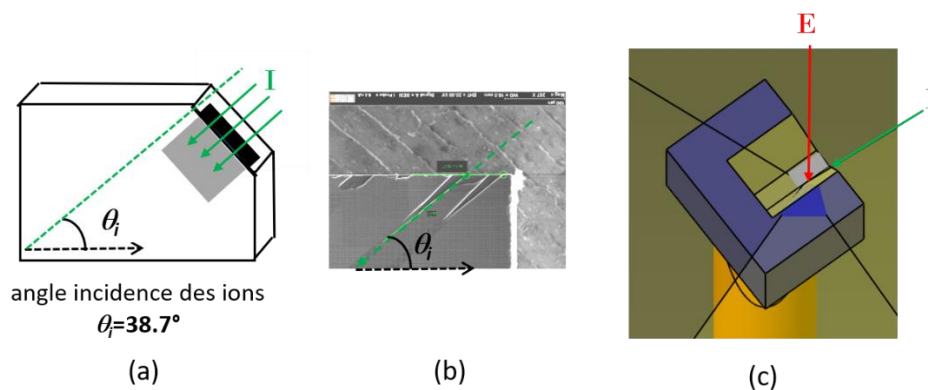


Figure 3.7 : Visualisation de la zone d'interaction du faisceau d'ions avec l'échantillon en condition EBSD 3D statique (a) en condition d'abrasion ionique (les flèches en pointillés noire et verte indiquent respectivement la direction du tilt du porte échantillon et la direction du faisceau d'ions), (b) vue à plat de l'échantillon avec l'impact du FIB, (c) vue schématique de l'échantillon (en bleu) sur son porte-échantillon (en jaune) pour aligner les axes principaux de l'échantillon face au faisceau d'ions (flèche verte). La zone analysable en EBSD correspond au rectangle gris en a et c).

Enfin, pour limiter les dérives lors des acquisitions en nano-tomographie, l'ensemble du poste de pilotage du microscope a été déporté à l'extérieur de la pièce du microscope. L'environnement du microscope a été conçu pour limiter les vibrations acoustiques, les perturbations électromagnétiques et obtenir une régulation thermique de 0.5°C/h.

L'automatisation des coupes FIB et des acquisitions EBSD a complètement été reprogrammée en une nouvelle interface utilisateur en s'appuyant sur l'API ZEISS et Bruker - Application Programming Interface - qui permet aux utilisateurs de piloter le microscope

et le système EBSD pour des développements spécifiques. Ce développement a pleinement démarré avec le recrutement en octobre 2013 de l'ingénieur de recherche en charge du FIB (Julien Guyon) qui a pris en charge ce développement. L'utilisateur sauvegarde ses conditions pour l'acquisition EBSD et ses conditions de coupe FIB. La procédure de coupe qui a été intégrée est illustrée Figure 3.8. Elle ne nécessite aucune prédécoupe pour isoler le volume d'intérêt en amont de l'analyse. En effet, la zone trapézoïdale à dégager à proximité du volume d'intérêt (zone bleue Figure 3.8) est coupée avec la même progression que la zone à analyser (zone rouge Figure 3.8). Cette stratégie offre l'avantage de démarrer l'analyse EBSD sur la zone d'intérêt très rapidement, sans perdre du temps à couper des travées latérales qui représentent des heures d'occupation du microscope sans être certain de la bonne localisation de la zone d'intérêt. Avec la progression de la coupe, la zone à analyser en EBSD est suivie en appliquant les déplacements et la focalisation du faisceau électronique (avec la fonction beam shift) correspondant à la découpe théorique appliquée par la colonne FIB.

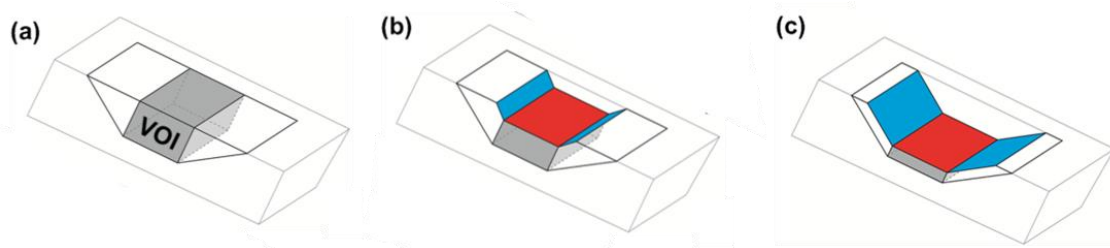


Figure 3.8 : Vue schématique de l'échantillon (a) avant le lancement de l'automatisation 3D EBSD (on indique le volume de matière à dégager au FIB, incluant la zone grisée d'intérêt pour l'analyse EBSD), (b)-(c) : la progression de la découpe qui intègre simultanément la découpe des zones de dégagement de la matière à fort courant - 30nA (en bleu) et la préparation à faible courant -4nA- de la section d'analyse (en rouge).

Pour l'exploitation des données, nous utilisons le logiciel ©DREAM 3D (disponible en open) développé par la société Bluequartz en partenariat avec Carnegie Mellon University et United States Air Force Research Laboratory (<http://dream3d.bluequartz.net>) et la visualisation est effectuée avec le logiciel Paraview au format (*.xdmf) (<https://www.paraview.org/>).

Exemple d'application : validation de la qualité de la reconstruction

Les premières analyses EBSD 3D ont été réalisées sur un superalliage base nickel, INCONEL 718, à gros grains. Ce matériau a été choisi comme matériau modèle pour valider la qualité de l'alignement des différentes coupes. En effet, il se caractérise par la présence de macles cohérentes dont le plan de maclage est connu pour être de type {111}.

L'objectif de notre première analyse EBSD 3D était d'évaluer la précision avec laquelle il était possible d'évaluer le plan de maclage. L'analyse couvre un volume de $(100 \times 45 \times 15) \mu\text{m}^3$. 75 coupes d'épaisseurs moyennes de 200nm ont été réalisées à l'aide du faisceau d'ions accélérés à 30KV et un courant de 4nA pour la zone à analyser en EBSD et de 30nA pour les dégagements. Après chaque coupe FIB, une carte EBSD a été acquise avec une vitesse d'acquisition de 140Hz et un temps d'intégration de 7ms par pixel de la carte. Au total, l'analyse du volume a duré 30h.

Figure 3.9a montre le volume reconstruit sans aucun post-traitement des données pour aligner les coupes dans la direction de construction. Les données d'orientations sont définies dans le plan d'acquisition (x,y,z) indiqué dans la figure. On s'intéresse en particulier au grain maclé central pour lequel on repère la normale n' de la trace du plan de maclé (toujours dans le repère d'acquisition). La Figure 3.9b montre un exemple de plan de coupe contenant la direction de reconstruction et la normale n' . A partir de l'orientation de ce grain (rouge) et de sa maclé (bleue), nous avons calculé la position théorique de leur plan de maclé (111) , repéré sur la projection $\{111\}$ par les deux angles ($\theta=45^\circ$ et $\psi=60.6^\circ$) (Figure 3.9c).

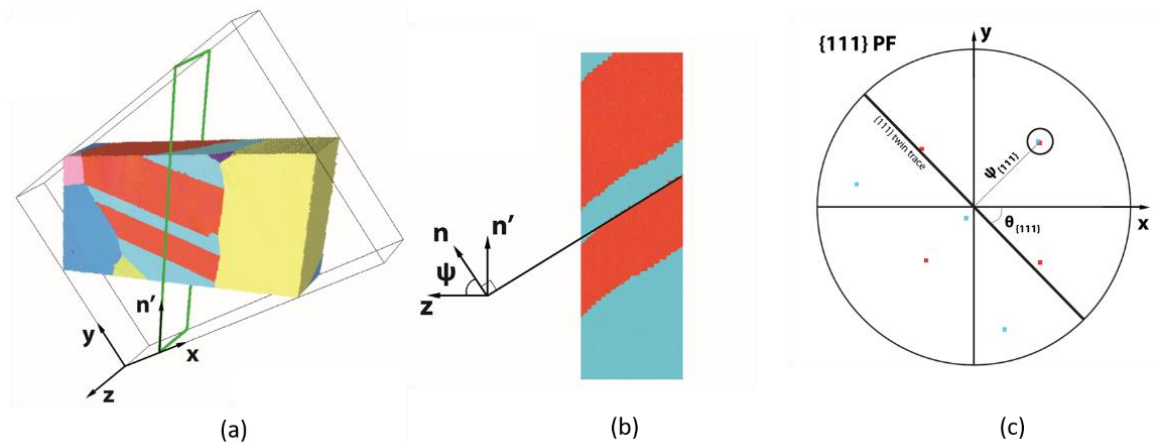


Figure 3.9 : (a) Vue 3D EBSD d'un volume de $(100*45*15) \mu\text{m}^3$ reconstruit à partir de coupes FIB sur un INCONEL 718 sans post-alignement des coupes (n' correspond à la normale de la trace du plan de maclé dans le plan (x,y)). (b) Vue d'une section dans la direction Z de reconstruction du volume, (c) Projection des pôles $\{111\}$ pour l'orientation du grain (rouge) et de sa maclé (bleue) et repérage de la position théorique du plan de maclé (111) .

L'analyse des données 3D EBSD montre que :

- (1) La résolution angulaire est la même dans le plan d'acquisition des données EBSD et dans un plan de reconstruction. Cela n'est pas garanti avec la configuration en rotation où le repère lié à l'échantillon peut varier (la zone analysée étant recentrée avec des déplacements du faisceau pour aligner un marqueur).
- (2) Le repérage du plan de maclé à partir des différents plans de coupe donne un angle $\theta=45^\circ \pm 0.5^\circ$ et un angle $\psi=59.3^\circ \pm 0.5^\circ$. Ces valeurs sont très proches des valeurs théoriques. Nous pouvons considérer qu'un joint de grain plan peut être identifié avec une précision de 1° à 2° . Ce résultat montre que notre dispositif est globalement stable et que l'application de correction basée sur l'épaisseur de coupe théorique est suffisante pour suivre la même zone d'intérêt. On note cependant Figure 3.9b que sur les 10 premières coupes la position du plan de maclé selon Z dévie légèrement. Cela traduit des dérives thermiques et électriques en début d'analyse, le temps d'atteindre un état d'équilibre.

(3) Enfin, la position statique offre également un gain de temps en supprimant le temps nécessaire pour déplacer l'échantillon, acquérir l'image des marqueurs et réaligner la même zone d'intérêt, étapes à répéter entre chaque mouvement d'une part en position 'abrasion' puis en position 'EBSD'. Sur cet exemple, cela représente un temps supplémentaire de 5 à 7 h.

Plusieurs acquisitions sont venues compléter cette première analyse. La Figure 3.10 donne un exemple de volume reconstruit sur du nickel à petits grains sur un volume de $(40*30*15) \mu\text{m}^3$. Le volume est à nouveau reconstruit sans post-traitement d'alignement. La représentation des données à l'aide du code de couleur de la figure de pôle inverse dans la direction Z (Figure 3.10a) révèle la plupart des contours de joints de grains et de joints de macles. La figure 3.10b illumine uniquement le maillage des plans de joints de type $\Sigma 3$ et projette leur normale dans le triangle standard. La dominante bleue des plans de joints montre à nouveau qu'il s'agit majoritairement de plans de type $\{111\}$.

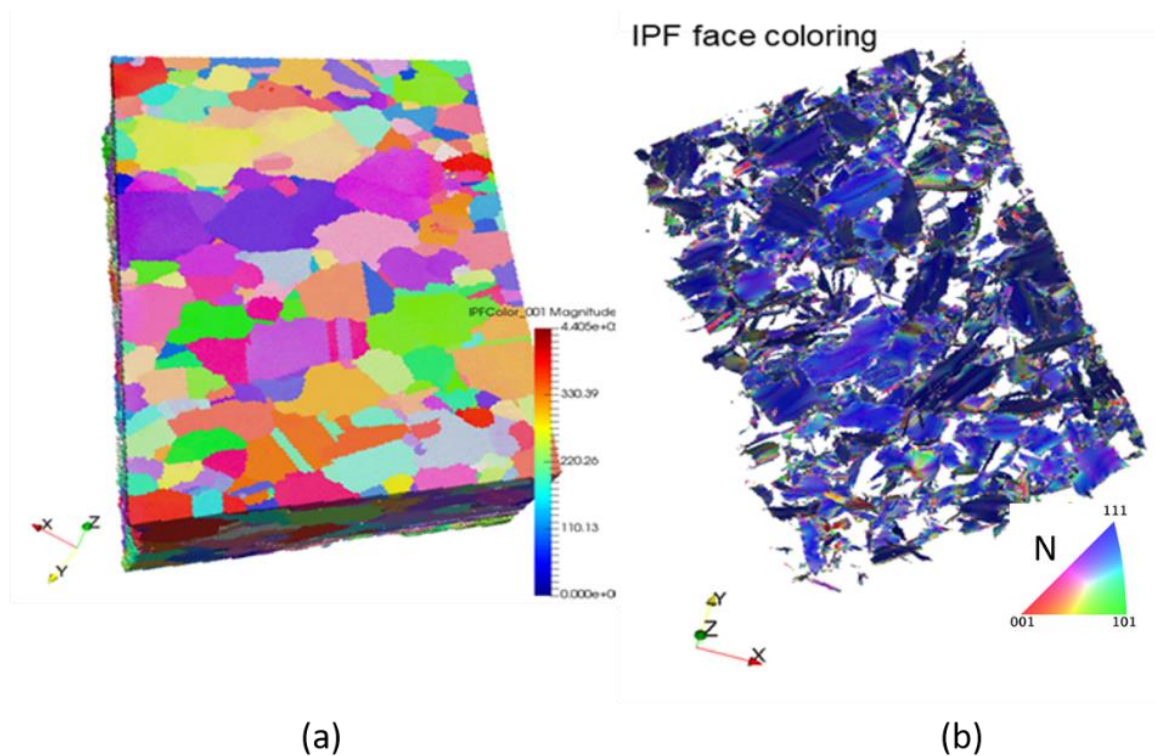


Figure 3.10: Exemple de reconstruction 3D d'un volume de nickel de taille $(40*30*15) \mu\text{m}^3$ (les données ont été corrigées des erreurs d'indexation et des points non-indexés – le volume a été reconstruit sans post-traitement d'alignement) (a) Cartographie d'orientations 3D suivant le code de couleur de l'IPF//Z pour révéler la plupart des contours de joints de grains et de joints de macles, (b) Maillage triangulaire des plans de joints de type $\Sigma 3$ et projection de leur normale N dans le triangle standard.

III.1.3 Bilan de notre expertise et évolution récente

Bilan de notre expertise

Les différents exemples d'application de la nano-tomographie traduisent le potentiel de cette technique pour l'analyse 3D locale des microstructures. Cependant, l'expérience nous a montré que la mise en œuvre de ce type d'analyse 3D est délicate. En effet, les analyses tridimensionnelles sont longues (au minimum 8h, pouvant aller jusqu'à plusieurs jours). Elles requièrent une stabilité maximale de la machine et de son environnement. C'est pourquoi nous avons déjà optimisé la pièce accueillant le FIB : poste de pilotage externalisé, minimisation des perturbations extérieures (variations de températures, perturbations électromagnétiques et sonores). Cependant, l'expérience montre qu'en début d'acquisition, le dispositif a intrinsèquement besoin de temps pour se stabiliser. De plus, avec la durée, il est souvent nécessaire de réchauffer la pointe FIB pour conserver de l'émission de Gallium, ce qui à nouveau perturbe la stabilité intrinsèque du dispositif. N'oublions pas que l'objectif est d'avoir une résolution de 10 à 20 nanomètres en imagerie et de 50 à 100nm en EBSD.

Par conséquent, notre retour d'expérience révèle qu'environ 50% de nos analyses 3D n'étaient pas exploitables. Cela a plusieurs origines. Déjà une partie de nos manipulations non couronnées de succès était aussi liée à des problèmes intrinsèques à notre colonne FIB. Installé fin août 2012, notre équipement n'a été réceptionné qu'en mai 2013. Ce délai traduit à lui seul, les difficultés et l'investissement en temps nécessaire pour garantir le bon fonctionnement de l'ensemble des éléments constituant ce matériel. Finalement les problèmes récurrents rencontrés lors de nos expériences 3D ont conduit à un changement intégral de la colonne FIB en 2017. De façon plus générale, lors d'une acquisition 3D, il est fréquent d'observer une dérive de l'astigmatisme ou de la focalisation du faisceau d'électrons. Des instabilités au niveau de l'émission de Gallium peuvent impacter la régularité des épaisseurs de coupes FIB (rarement contrôlées en cours de coupe). Il n'est pas rare que des perturbations de l'émission de Gallium laissent un mur de matière non coupé qui empêche l'acquisition de données de qualité avec la progression du FIB.

Or les analyses 3D sont souvent dédiées à l'étude de cas très spécifiques (site d'amorçage aux caractéristiques inhabituelles, joints de grains particuliers ...) qui ont nécessité un travail amont conséquent d'identification et d'analyse 2D de la zone d'intérêt. Après l'acquisition 3D (destructive), cette zone est 'perdue' et toute la démarche est à refaire si l'analyse 3D a échoué. A contrario, lorsque les acquisitions sont réalisées avec succès, cela produit des résultats très intéressants souvent surprenants et qui font progresser significativement les études concernées.

L'évolution récente de notre dispositif

Nous avons donc en 2019 fait évoluer notre dispositif en optant pour l'acquisition du système ATLAS 5 (un package hard- & software développé par la société FIBICs en partenariat avec ZEISS) qui permet d'optimiser et fiabiliser l'acquisition des données 3D par :

- une correction dynamique d'astigmatisme et de focalisation en cours d'acquisition
- un contrôle précis de l'épaisseur de la coupe FIB
- un recentrage précis sur la zone d'intérêt

- la possibilité d'imager et de couper en même temps pour un gain de temps d'analyse.
- la possibilité de mettre automatiquement la coupe en pause en cas d'anomalie.

Cela est rendu possible par un pilotage optimisé des deux colonnes MEB et FIB et la réalisation d'une série de marqueurs sur la couche protectrice – illustrés Figure 3.11 - afin de contrôler (et si besoin corriger) la qualité de l'avancement de la découpe FIB et de l'imagerie électronique.

Les trois lignes centrales gravées sur la couche protectrice sont utilisées pour des corrections de dérives et pour les corrections de focalisation et d'astigmatisme. Cela permet de conserver la même qualité d'images lors de la progression de l'acquisition 3D. La correction des dérives spatiales de la colonne électronique facilite considérablement la reconstruction du volume et évite la perte d'information.

Les deux lignes de part et d'autre des lignes centrales sont utilisées pour mesurer en direct l'épaisseur de la coupe en suivant l'évolution de leur écartement lors de la progression de la coupe FIB. Atlas utilise cette lecture pour adapter la vitesse de coupe d'une section à la suivante afin d'améliorer l'homogénéité de l'épaisseur des coupes et garantir « en moyenne » le respect de l'épaisseur demandée.

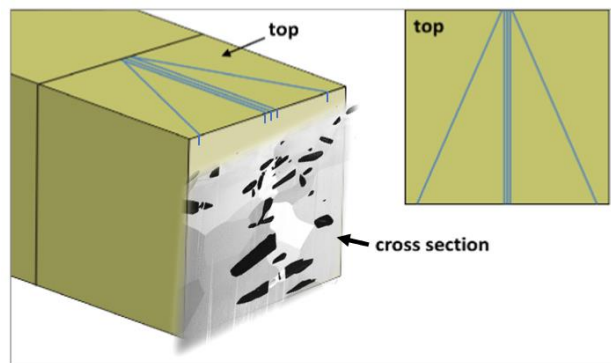


Figure 3.11 : Marqueurs gravés sur la couche protectrice pour contrôler la qualité de l'avancement de la découpe FIB et de l'imagerie électronique. Les trois lignes centrales sont utilisées pour des corrections de dérives et pour les corrections de focalisation et d'astigmatisme. Les deux lignes de part et d'autre des lignes centrales sont utilisées pour mesurer en direct l'épaisseur de la coupe FIB.

Cet investissement a été réalisé dans le cadre d'un nouveau partenariat avec ZEISS afin d'intégrer l'acquisition de données EBSD 3D en mode statique dans ATLAS 5 en couplage avec la nouvelle caméra EBSD SYMMETRY – Aztec - Oxford Instrument. L'évolution vers ce type de caméra offrant des vitesses d'acquisition jusqu'à 3000points/s est particulièrement intéressante pour les applications en EBSD 3D pour accélérer les temps d'acquisition extrêmement longs.

Le développement de la version 3D EBSD-Statique dans le package ATLAS 5 a été réalisé par Julien Guyon avec le soutien d'un ingénieur de FIBIC. La version en EBSD 3D – statique - est aujourd'hui opérationnelle en couplage avec ATLAS 5. Par conséquent, nous considérons que nous avons convergé vers une solution optimale pour faire de l'analyse 3D en imagerie et en EBSD contrôlée.

Exemple d'application : Caractérisation 3D de la microstructure d'un composite à matrice ferritique avec des renforts TiB₂

Cette nouvelle version a été appliquée dans le cadre du post-doctorat de Julien Genée [2018-2020] pour une caractérisation tri-dimensionnelle, d'abord de la microstructure initiale du composite Fe-TiB₂ par imagerie 3D puis de la microstructure déformée par traction par EBSD 3D. Ces analyses complètent les données précédemment obtenues en EBSD 2D, présentées au chapitre I (section I.5.3).

La microstructure du composite caractérisée par une taille moyenne de grains de ferrite d'environ 5µm et des renforts allongés selon la direction de laminage, est particulièrement adaptée à la taille des volumes analysables au FIB. La Figure 3.12 montre un exemple une reconstruction 3D sur un volume de 60x30x30 µm³. Les informations obtenues sont riches en termes de morphologies tri-dimensionnelles des particules et d'homogénéité de distribution des particules. Les coupes FIB permettent également de localiser les zones de décohésions interfaciales ou la présence de particules fragmentées, deux types de dommages induits par les étapes de laminage à froid. Le vide ainsi créé au sein du composite réduit ses performances en rigidité. Il est à noter qu'une préparation classique par polissage mécanique a tendance à boucher ces vides alors que la coupe FIB va les révéler sans ambiguïté.



Figure 3.12 : Reconstruction 3D de la microstructure du composite à matrice ferritique renforcée par des particules de TiB₂ (Auriga 40 FIB-SEM - Volume : 60x30x30 µm – Images acquises avec le détecteur InLens - Taille de Voxel : 50nm)

Les données extraites de l'analyse au FIB ont été exploitées pour construire des microstructures tri-dimensionnelles réalistes comme données d'entrée des simulations numériques par FFT (étude pilotée par S. Berbenni). Une procédure de traitement et de reconstruction des données a été entièrement développée afin d'adapter les données de sortie du FIB aux données d'entrée du modèle FFT (notamment la construction d'un Volume Élémentaire Représentatif Périodique). De plus, un utilitaire de génération de microstructures de synthèse à partir de données acquises expérimentalement a été développé (scripts de type Python)[39] [40].

La Figure 3.13 montre une analyse 3D EBSD qui localise au sein de la microstructure les zones de fortes concentrations de désorientations locales. On note que pour cet exemple, nous avons modifié notre stratégie d'acquisition des données. Jusqu'à présent, nos analyses démarraient toujours d'un bord de l'échantillon, ce qui est limitant pour sélectionner une zone d'intérêt. Une alternative mise en œuvre ici consiste à extraire un bloc à partir d'une zone d'intérêt comme visualisé Figure 3.13a. Le bloc est ensuite resoudé sur un support (ici au bord de l'échantillon) à l'aide d'un dépôt platine. La Figure 3.13b donne une vue 3D de

la microstructure déformée de 4% en traction (les désorientations locales sont révélées à l'aide du KAM-angle – voir 1.5). L'exploitation de ce volume 3D confirme les observations déjà déduites des analyses 2D concernant l'effet de morphologie et d'agglomération des particules sur la localisation de la déformation. Les désorientations les plus étendues et les plus intenses se forment aux extrémités des particules allongées et dans les zones où la distance entre particules est la plus faible.

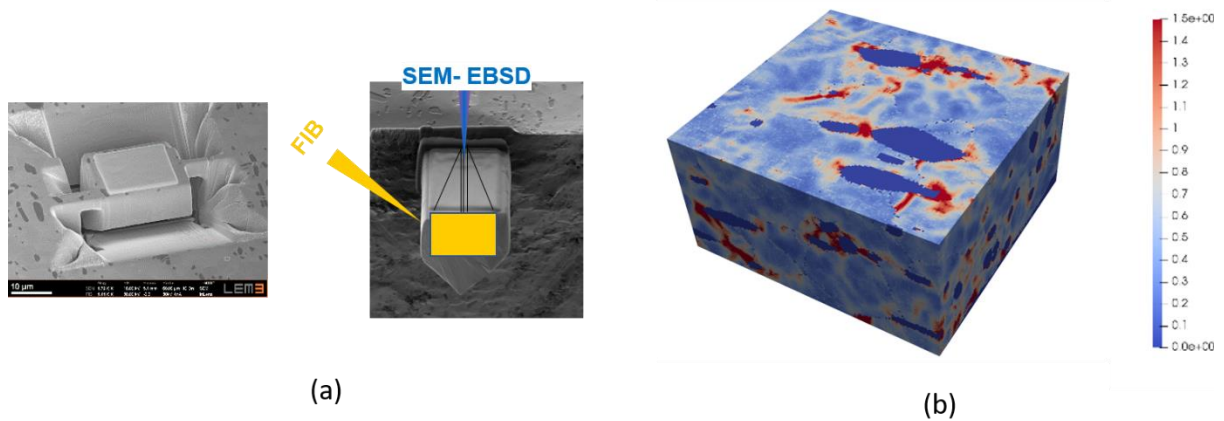


Figure 3.13 : Analyse 3D EBSD qui localise au sein de la microstructure du composite Fe-TiB₂ les zones de fortes concentrations de désorientations locales (a) extraction d'un bloc centré sur une zone d'intérêt, (b) Reconstruction 3D des données EBSD sous forme de distribution du KAM-angle

III.2 Acquisition de clichés SACP sur colonne électronique dernière génération pour l'imagerie en contraste de canalisation (ECCI)

Fort de notre maîtrise de l'API ZEISS sur la colonne GEMINI, nous avons développé une procédure innovante pour créer un mode 'rocking beam' sur cette colonne et faire l'acquisition de clichés SACP (Selected Area Channelling Pattern). L'acquisition de tels clichés permet de connaître précisément l'orientation du cristal par rapport au faisceau d'électrons incidents et par conséquent de maîtriser les conditions de canalisation des électrons pour l'imagerie ECCI (Electron Channelling Contrast Imaging). Il est alors possible d'imager et d'identifier des défauts cristallins (dislocations avec analyse des critères d'invisibilité, mâcles, fautes d'empilement) à l'extrême surface d'échantillons massifs.

De plus, nous démontrons que la résolution spatiale de nos clichés SACP peut atteindre 500nm à WD=10mm, ce qui est significativement meilleur que ce qui était proposé dans la littérature (10/20 μm). Cela nous donne la possibilité d'appliquer notre approche sur des matériaux déformés et à grains fins.

Ce développement a été réalisé dans le cadre d'un travail d'équipe lors de la thèse de Haithem Mansour sous la direction de Nabila Maloufi [41] et avec le soutien de Julien Guyon et de moi-même. Le développement du mode rocking beam a été publié dans Ultramicroscopy [42]. Enfin, ces travaux ont fait l'objet d'un dépôt d'invention lié au développement du logiciel pour l'acquisition de clichés HR-SACP sur colonne GEMINI (Référencement logiciel Rocking Beam UL CNRS SATTGE/ Réf. CNRS: DI 08123-01).

Les clichés SACP ont ensuite été exploités pour l'acquisition d'images ECCI en condition maîtrisée de canalisation, méthodologie que nous avons nommée 'Accurate – ECCI' (noté **A-ECCI**). Différentes études ont contribué au développement et à la mise en œuvre de cette méthodologie pour imager et identifier des défauts cristallins (en particulier les dislocations avec analyse de critères d'invisibilité) à l'extrême surface d'échantillons massifs, comme sur un acier IF (Interstitial Free) ou sur du dioxyde d'uranium. Il s'agit principalement des travaux conduits dans le cadre de la thèse d'Haithem Mansour [41] [43] [44] dirigée par N. Maloufi et la thèse de Mariem Ben Sadaa [45] avec le CEA-Cadarache que j'ai co-dirigée avec Nabila Maloufi [46][47][48]. Grâce à un soutien du Labex Damas, nous avons eu la possibilité d'inviter Martin Crimp pour plusieurs séjours de 1 mois. Cela a permis des échanges très riches sur nos expériences respectives de la mise en œuvre de l'ECCI.

Cette partie commence par un petit historique pour expliquer nos motivations vis à vis de notre développement. Ensuite, je détaille le développement réalisé avec les caractéristiques du cliché SACP obtenu et je termine par une application à la caractérisation des joints de faibles désorientations de l'oxyde d'uranium.

III.2.1 Ce qui a motivé notre développement

En fait, dès 1967, Coates observe des bandes de Kikuchi formant un ECP (Electron Channeling Pattern) dans un MEB et dans la continuité Booker les interprète à l'aide des ondes de Bloch [49]-[50]. Ces clichés sont collectés à l'aide du détecteur d'électrons rétrodiffusés en balayant le faisceau incident sur une large zone monocristalline et sont alors principalement utilisés pour déduire l'orientation. Pour pallier leur mauvaise résolution spatiale, s'en suit en 1969 le développement de colonnes électroniques avec un mode 'Rocking Beam' (ou 'précession du faisceau') pour la collection de clichés SACP (Selected Area Channeling Pattern) par le détecteur d'électrons rétrodiffusés [51] [52]. La précession du faisceau incident autour d'un point pivot permet alors de réduire la zone de collection du cliché à quelques dizaines de micromètres (la résolution du point pivot étant cependant limitée par les aberrations sphériques de la lentille objectif). Avec le développement de l'EBSD, cette approche a été abandonnée et la plupart des microscopes récents ne disposent plus de mode « rocking beam » (à l'exception des MEBs de la société TESCAN). Pourtant les microscopes dernière génération sont de plus en plus performants en termes de résolution spatiale et offrent aujourd'hui la possibilité d'imager des défauts cristallins en exploitant le contraste de canalisation des électrons en imagerie ECCI.

Différentes équipes internationales ont réactivé l'imagerie ECCI ces dernières années et proposées des méthodologies pour établir les conditions de canalisation [21] [53] [54] [55] [56]. En particulier, Stephan Zefferer [21] a proposé d'utiliser l'EBSD (en tilt 70°) pour déduire l'orientation du grain cible vis à vis du faisceau incident (échantillon non incliné). Cependant, l'orientation absolue par EBSD n'est pas précise : on considère qu'elle est déterminée avec une précision de 1 à 2° dans le meilleur des cas. Cette méthodologie ne permet pas d'orienter précisément le cristal cible par rapport au faisceau incident, avec la résolution angulaire requise en imagerie ECCI (environ 0.1°). Cela est clairement mis en évidence par nos premières analyses réalisées sur un monocristal de Silicium, illustrées

Figure 3.14. Sur cette figure, la croix rouge représente la position du faisceau incident d'une part sur un cliché ECP acquis sans inclinaison de l'échantillon (Figure 3.14a) et d'autre part sur un cliché simulé à partir de l'orientation déterminée par EBSD (Figure 3.14b). La position du faisceau déduite de l'EBSB s'écarte de pratiquement 2° de la position effective obtenue Figure 3.14a.

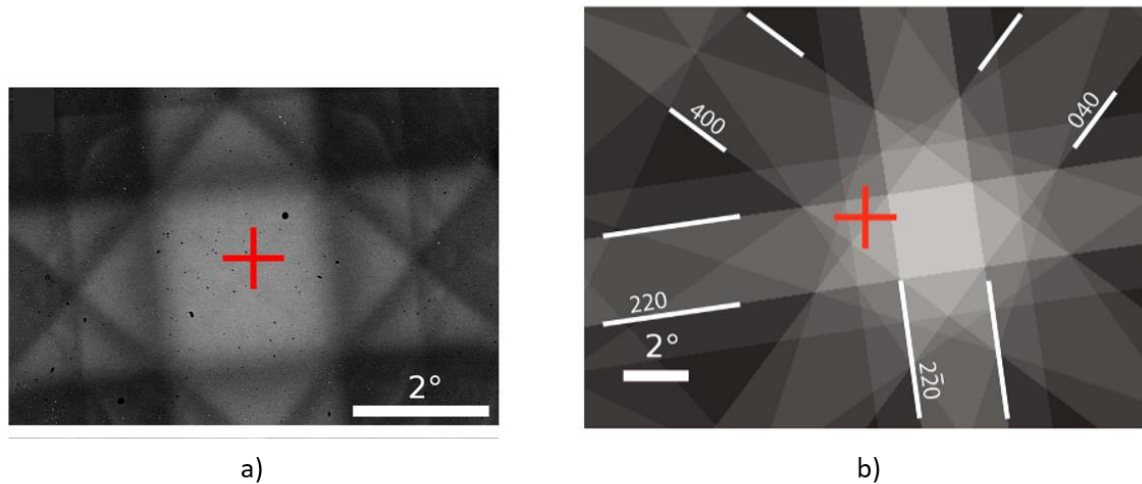


Figure 3.14 : Analyse comparative de la position du faisceau incident (indiquée par la croix rouge) sur un cliché de diffraction d'un monocristal de Silicium (a) cliché ECP acquis sans inclinaison de l'échantillon en mode déplacement du faisceau, (b) cliché simulé à partir de l'orientation obtenue par EBSD.

Pour exploiter pleinement le potentiel de l'imagerie ECCI et identifier la nature des dislocations, il est nécessaire de connaître précisément l'orientation du cristal par rapport au faisceau d'électrons incidents et ainsi bien maîtriser les conditions de canalisation des électrons. C'est pourquoi, il nous a semblé important de développer un mode « rocking beam » sur une colonne électronique dernière génération.

III.2.2 Principe du mode 'Rocking Beam' développé sur colonne GEMINI

Pour réaliser ce développement, nous avons pris le contrôle de la trajectoire du faisceau électronique au niveau de la colonne GEMINI. Cela a été réalisé en utilisant l'API mise à disposition par ZEISS et en détournant le fonctionnement originel de certaines bobines déflectrices.

Pour mieux comprendre notre nouvelle procédure, il est important de revenir sur le mode de fonctionnement de la colonne GEMINI et le fonctionnement primaire des bobines que nous utilisons. La figure 3.15(a,b) décrit schématiquement la trajectoire du faisceau d'électrons en mode imagerie conventionnelle (a) sans beam shift, (b) avec beam shift. Contrairement à la majorité des microscopes électroniques à balayage, sur la colonne Gemini, les diaphragmes sont fixes et groupés au sein d'une pièce appelée Multihole Aperture (MA). La sélection des diaphragmes se fait en défléchissant le faisceau vers le diaphragme sélectionné à l'aide de deux ensembles de bobines déflectrices. Le premier

ensemble appelé GC pour 'Gun alignment Coils' défléchit le faisceau pour le faire passer à travers le diaphragme sélectionné. Le deuxième ensemble référencé ApC pour 'Aperture alignment Coils' ramène le faisceau dans l'axe optique du microscope. Les courants appliqués à ces bobines sont contrôlés via l'API.

En mode imagerie conventionnelle, l'ensemble Lentille Objectif (C3) focalise le faisceau d'électrons à la distance de travail (WD), en minimisant les aberrations achromatiques et sphériques. Les bobines de balayages (SC) permettent de balayer le faisceau de façon symétrique par rapport à l'axe optique (voir Figure 3.15a). La focalisation de la lentille objective C3 inverse la direction de la déflexion du faisceau par les bobines SC. La fonction Beam Shift fait varier leur courant pour balayer une zone d'intérêt décentrée de l'axe optique (voir Figure 3.15b).

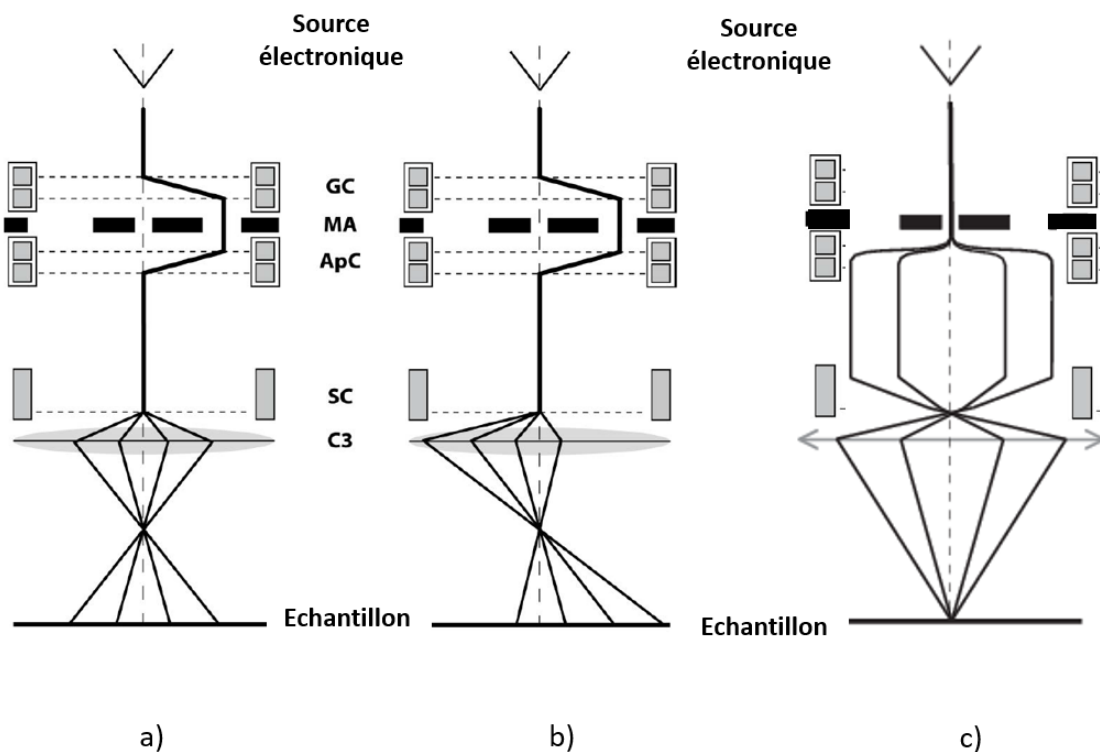


Figure 3.15 : Trajectoire du faisceau d'électrons sur colonne GEMINI en mode imagerie conventionnelle (a) sans beam shift, (b) avec beam shift et (c) en mode rocking beam développé au LEM3

En mode « rocking beam », la trajectoire du faisceau est schématisée Figure 3.15c. Dans ce mode, les bobines ApC et SC sont détournées de leur fonctionnement originel. Le faisceau incident centré sur le diaphragme central est défléchi par la bobine ApC pour suivre une trajectoire restant parallèle à l'axe optique du microscope. Puisqu'il ne passe plus par le centre de la bobine de balayage SC, le faisceau subit une autre déflexion au niveau de cette dernière (SC). Le faisceau est enfin recentré sur l'axe optique (pour assurer le point pivot) avec la fonction Beam Shift au niveau des bobines de balayage SC. Ainsi, pour réaliser la précession globale du faisceau, il suffit de répéter ces différentes étapes pour différents angles de déflexion en X et Y des ApC.

Afin de collecter un cliché SACP d'une petite zone bien ciblée, la fonction 'Beam Shift' est calibrée en fonction de la déflexion appliquée par les bobines ApC selon les axes X et Y. Cette calibration doit être réalisée par l'utilisateur dans les conditions d'utilisation du microscope pour l'acquisition du SACP (la tension d'accélération, la distance de travail, la taille du diaphragme). Comme on le montre plus loin, cette calibration est très sensible aux paramètres qu'on vient de citer et elle est la clé de la résolution spatiale atteinte par cette technique.

Le signal formant les clichés SACP est collecté par le détecteur BSE. L'intensité des BSE est enregistrée pour chaque déflexion du faisceau (X, Y) des ApC. Ce signal est utilisé progressivement pour construire le cliché SACP : chaque pixel (X, Y) correspond à l'intensité des BSE selon la déflexion (ApC X, ApC Y).

III.2.3 Caractéristiques des clichés HR-SACP

Ouverture angulaire

La Figure 3.16 donne un exemple de cliché HR-SACP obtenu sur un dépôt de Nitrure de Gallium (GaN). On note que l'ouverture angulaire de nos clichés est faible et par conséquent ils ne contiennent pas suffisamment d'information cristallographique pour indexer les plans réflecteurs. Cette ouverture angulaire du HR-SACP est directement limitée par la valeur maximale des déflexions du faisceau incident contrôlées par les bobines ApC sur les axes X et Y. Elle varie légèrement avec la distance de travail (WD). Pour nos conditions de travail (tension d'accélération à 20KV et WD de 10 mm), nous obtenons une ouverture angulaire de 4.4° sur nos clichés.

Cependant, l'originalité de notre approche est de combiner ce cliché SACP avec la mesure approximative de l'orientation du grain cible déduite de l'EBSD. Comme illustré Figure 3.16, cela consiste à superposer le cliché SACP au cliché de diffraction simulé à 0° d'inclinaison (à plat) à partir de l'orientation mesurée par EBSD. Il est donc possible d'identifier les différents plans réflecteurs visibles sur le cliché SACP et de définir précisément la position du faisceau incident vis-à-vis des plans réflecteurs du grain cible et de finalement établir les conditions de canalisation pour l'imagerie ECCI.

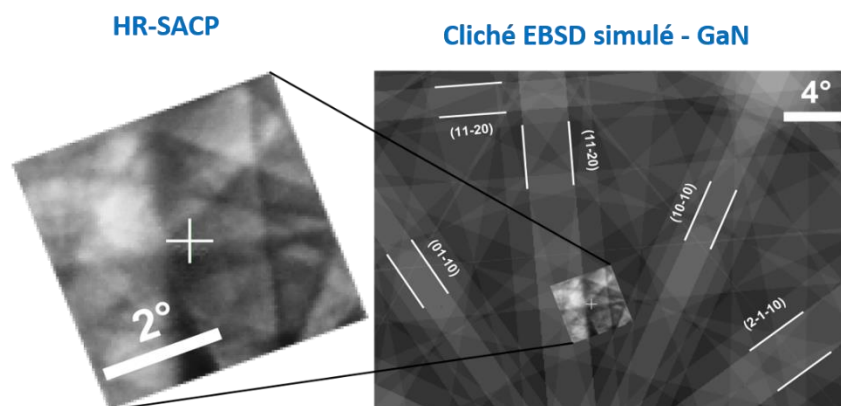


Figure 3.16 : Exemple de cliché HR-SACP acquis sur un dépôt de Nitrure de Gallium et sa superposition sur un cliché simulé à partir de l'orientation approximative déduite par EBSD (à 70° d'inclinaison)

La faible ouverture angulaire des clichés HR-SACP n'est donc pas une réelle limitation lorsqu'on combine astucieusement l'information obtenue en mode « rocking beam » à celle déduite de l'EBSD standard. Au contraire, elle devient même un avantage car elle contribue à obtenir une résolution spatiale du point pivot jamais atteinte (comme détaillé dans le § suivant).

Résolution spatiale

Une analyse originale a été conduite pour démontrer la résolution spatiale du point pivot. Elle est illustrée Figure 3.17. A l'aide de la colonne FIB et du système d'injection de gaz équipant notre microscope (Zeiss Auriga 40), nous avons déposé des carrés de platine (Pt) de différentes tailles (allant de $5\mu\text{m}$ jusqu'à $0.5\mu\text{m}$) à la surface d'un monocristal de silicium (Si). Du fait de la différence de numéro atomique entre les deux matériaux ($Z_{\text{Pt}}=78$; $Z_{\text{Si}}=14$), une grande variation dans le signal des électrons rétrodiffusés est observée en balayant les deux matériaux (voir Figure 3.17a). Le contraste de l'image BSE est maximisé de telle sorte à avoir une intensité maximale quand le faisceau balaye le platine (255 sur l'échelle de gris) et minimale en balayant le silicium (0 sur l'échelle de gris).

Par conséquent, lorsqu'on acquiert un HR-SACP sur une zone centrée sur un dépôt de platine, les pixels résultants sur le cliché auront une intensité maximale (255) ou minimale (0) si le faisceau sort du dépôt et balaye le silicium. Le résultat donné Figure 3.17b montre que le HR-SACP contient 100% de pixels blancs (niveau de gris maximal 255) lorsque la précession du faisceau est réalisée sur des carrés de Pt jusqu'à $1\mu\text{m}$ de taille. Sur le cliché collecté à partir du carré de taille 500nm , le pourcentage des pixels blanc d'intensité maximale décroît à 90%. Cela indique que quelques faisceaux sont sortis du carré de 500nm . Par conséquent, la résolution spatiale du HR-SACP est évaluée à **500nm**. Toutefois, pour atteindre une telle résolution, il est nécessaire de réaliser une correction d'hystérésis des bobines et de bien aligner le faisceau d'électrons à travers le diaphragme sélectionné.

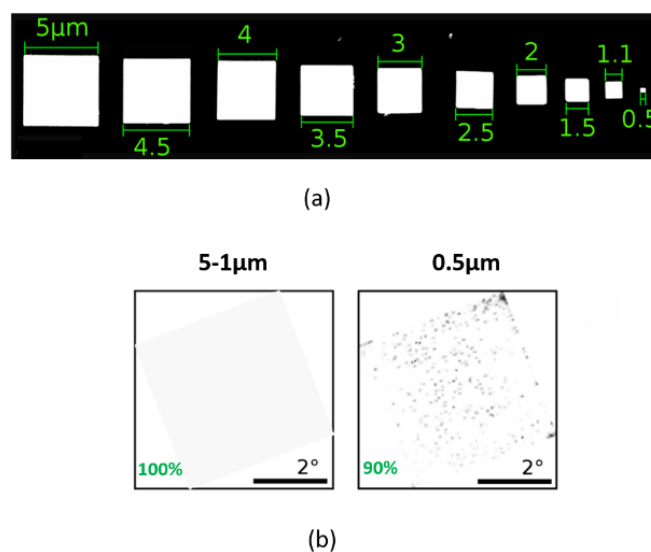


Figure 3.17 : Mesure de la résolution spatiale des clichés HR-SACP.
(a) Image BSE des carrés en platine déposés sur le monocristal de silicium à l'aide du FIB,
(b) les clichés de type 'HR-SACP' collectés à partir des carrés de $5\mu\text{m}$ à $1\mu\text{m}$ et de 500nm .

III.2.4 Application à l'acquisition d'images A-ECCI pour l'analyse de sous-joints de faible désorientation dans l'oxyde d'uranium

Les clichés HR-SACP nous permettent d'acquérir des images ECCI en condition de canalisation des électrons maîtrisée et ainsi analyser des défauts cristallins (comme par exemple des dislocations) proches de la surface d'un échantillon massif. Par rapport aux images obtenues en microscopie à transmission, elles offrent la possibilité de faire des observations plus statistiques directement sur un matériau massif et de relier ces observations à d'autres résultats d'analyse, en particulier déduits de l'EBSD.

Cette section présente en particulier l'étude menée sur le dioxyde d'uranium (UO_2) après déformation par fluage pour révéler par A-ECCI la sous-structure de déformation induite par fluage, et plus particulièrement l'organisation du réseau de dislocations en sous-joints de très faibles désorientations (étude déjà introduite au chapitre 1.5.2 pour illustrer la résolution angulaire accessible en EBSD et son apport à une analyse quantitative de la sous-structuration des grains en fonction de la microstructure et des conditions de sollicitation de l' UO_2).

Dans la suite, nous détaillons la mise en œuvre de l'imagerie A-ECCI appliquée à l' UO_2 pour la visualisation et l'identification des arrangements de dislocations dans des sous-joints de très faibles désorientations.

Mise en œuvre de l'imagerie ECCI

L'imagerie ECCI est basée sur la forte dépendance du rendement en électrons rétrodiffusés en fonction de l'angle d'incidence du faisceau d'électrons incident vis-à-vis de l'orientation du crystal. La canalisation des électrons se produit pour une famille de plans réticulaires (hkl) donnée, au voisinage de la condition de Bragg, comme l'illustre la Figure 3.18.

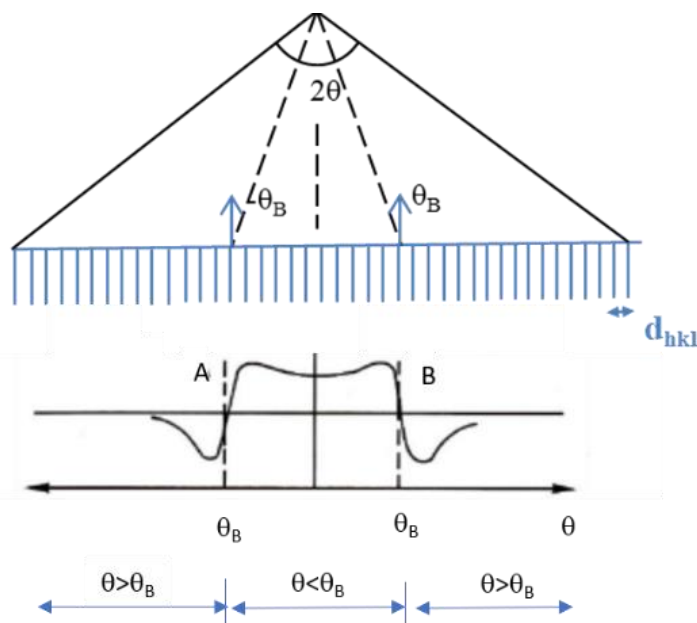


Figure 3.18 : Illustration de la formation des bandes de Kikuchi (a) Faisceau d'électrons balayant un monocristal avec un angle d'ouverture θ , (b) Courbe de variation de l'intensité des électrons rétrodiffusés par rapport à θ (θ_B correspond à l'angle de Bragg)

Pour une incidence θ faiblement supérieure à l'angle de Bragg θ_B ($\theta - \theta_B > 0$), le rendement en électrons rétrodiffusés passe par un minimum et le cristal imagé dans ces conditions apparaît très sombre. La présence d'un défaut comme une dislocation qui déforme le réseau cristallin localement va induire une perturbation et l'intensité BSE augmente localement, ce qui conduit à une mise en contraste du défaut. C'est la raison pour laquelle les défauts cristallins imagés en ECCI correspondent à des zones claires de forte intensité rétrodiffusée sur un fond continu sombre. Il s'agit de la projection (ou trace) de ces défauts sur la surface de l'échantillon.

On rappelle que dans une image ECCI, les dislocations qui sont inclinées par rapport à la surface de l'échantillon présentent un contraste qui s'estompe en profondeur de l'échantillon. Ainsi plus une dislocation est proche de la surface plus elle est brillante et inversement jusqu'à ce qu'elle disparaisse complètement. D'après Wilkinson et al [20], la profondeur de visibilité d'une dislocation est à peu près égale à $5 * \xi_g$ (ξ_g étant la distance d'extinction de l'onde diffractée selon la famille de plans g). Cette approche permet d'évaluer l'angle d'inclinaison des lignes de dislocations à partir des images ECCI et déduire par exemple la ligne ou le segment apparent de la dislocation.

D'un point de vue pratique, l'acquisition des images A-ECCI est réalisée sur le même détecteur BSE que celui utilisé pour l'acquisition des clichés HR-SACP. La sélection d'une condition de canalisation est réalisée en alignant le faisceau direct sur un bord de bande (hkl). Pour cela l'échantillon subit une rotation et/ou une inclinaison. Un autre HR-SACP est collecté pour contrôler la position atteinte ; si la condition $g(hkl)$ souhaitée est satisfaite, on bascule en mode imagerie standard pour imager en BSE la zone ciblée présentant des défauts cristallins. Nos conditions standard de travail au niveau de la colonne électronique sont : $WD=7mm$, $HV=20KV$, sélection du diaphragme central de $30\mu m$ avec une inclinaison de l'échantillon jusqu'à 30° .

Visualisation d'arrangements de dislocations en joints de très faible désorientation

Dans le cadre de la thèse de Marien Ben Saada, nous avons exploité le potentiel de l'imagerie ECCI pour imager les dislocations et leur arrangement en sous-joints de très faible désorientation induits lors du fluage de l' UO_2 à $1500^\circ C$, sous-joints précédemment mis en évidence sur les cartes EBSD par une procédure optimisée offrant une résolution angulaire améliorée.

Le résultat a permis (1) de valider les sous-joints de très faible désorientation jusqu'à 0.1° révélés en EBSD, (2) d'imager les différents arrangements de dislocations en lien avec la désorientation du joint, (3) d'observer l'ancrage des sous-joints par les pores intragranulaires.

On rappelle que le dioxyde d'uranium est une céramique qui cristallise dans une structure de type fluorine CaF_2 (groupe d'espace $Fm3m$) ; les ions U^{4+} constituent un réseau cubique à faces centrées et les ions O^{2-} occupent les sites tétraédriques. Le principal système de glissement est $\{100\} \langle 110 \rangle$. Ces plans primaires de glissement $\{100\}$ ne sont pas les plus

denses. En fait, le caractère ionique de la céramique (présence de cations et d'anions) fait que le système de glissement primaire est celui qui accorde au cristal un minimum d'énergie électrostatique et non pas élastique. Cependant, en augmentant la température les plans $\{110\}$ et $\{111\}$ s'activent à leur tour en gardant comme direction $\langle 110 \rangle$. Le système de glissement $\{111\} \langle 110 \rangle$ est souvent activé par glissement dévié à partir des systèmes $\{100\} \langle 110 \rangle$ et $\{110\} \langle 110 \rangle$. Le vecteur de Burgers est $a/2 \langle 110 \rangle$ ($a = 5,47 \text{ \AA}$; $|b| = 3,87 \text{ \AA}$). La structure ionique implique également d'autres différences par rapport à la structure c.f.c. simple. Par exemple, les dislocations coins possèdent deux demi-plans adjacents pour maintenir la neutralité électrique du cristal.

La figure 3.19 donne quelques exemples d'images ECCI (numérotées de 1 à 4) acquises sur différentes zones d'intérêt encadrées en noir sur la carte EBSD.

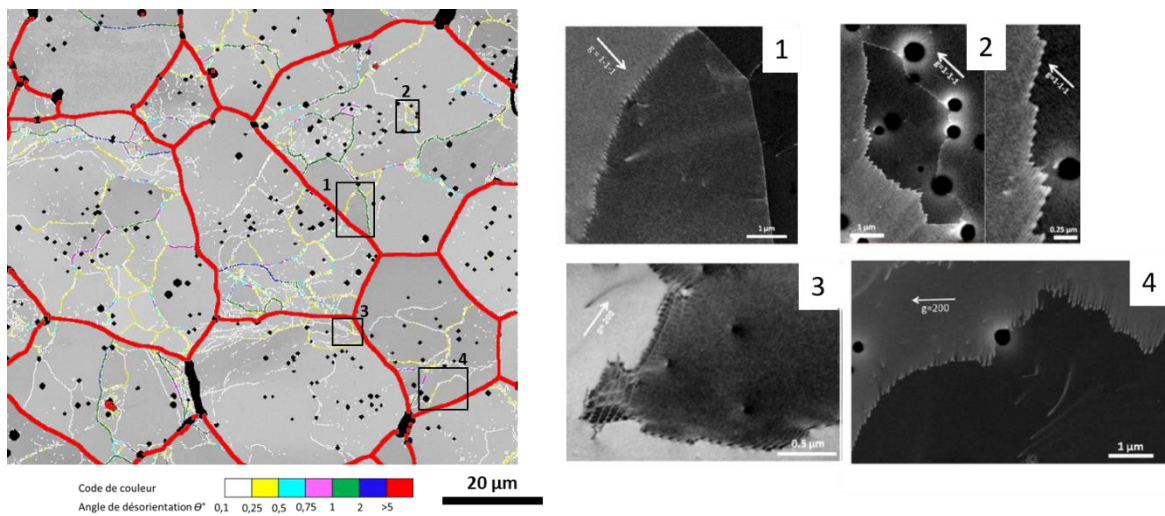


Figure 3.19 : Micrographies A-ECCI (numérotées de 1 à 4) montrant différents types d'arrangements de dislocations en sous-joints de très faible désorientation identifiés sur la carte EBSD des désorientations angulaires - Echantillon d' UO_2 déformé de 8% par fluage en régime dislocational à 1500°C

Tout d'abord, elles confirment que les lignes de très faible angle de désorientation obtenues par EBSD (jusqu'à $0,1^\circ$) sont réelles et correspondent bien à de vrais sous-joints. La majorité des joints de faible désorientation révélés dans la carte EBSD se superpose parfaitement avec l'arrangement de dislocations révélé par A-ECCI. Ainsi la procédure d'acquisition et de traitements des données détaillée dans [47] n'induit que très peu (voire pas) de joints « fantômes » artéfacts des filtres utilisés.

La Figure 3.19 met aussi en évidence une transition entre les sous-joints très faiblement désorientés présentant des dislocations régulièrement et suffisamment espacées pour être discernables et ceux, un peu plus désorientés, pour lesquels les dislocations ne peuvent plus être distinguées (en tout cas, à l'échelle du MEB). La désorientation d'un sous-joint est en fait liée à l'espacement entre les dislocations. Pour un modèle de sous-joint de flexion (tilt) formé par des dislocations coin, l'angle de désorientation (θ) est relié à l'espacement (D) entre les dislocations par la formule suivante (valable pour une faible désorientation) :

$$\theta = \frac{|b|}{D}$$

D'après notre expérience des images ECCI sur l' UO_2 , les dislocations peuvent être distinguées individuellement dans les sous-joints dont la désorientation est inférieure ou égale à environ $0,8^\circ$ (ce qui correspond à un espacement entre les dislocations de 27 nm, pour un joint purement tilt).

La majorité de ces sous-joints présente des arrangements de dislocations correspondant à des configurations de faible énergie. On observe des sous-joints facettés ($n^\circ 2$) et très souvent des sous-joints formés par un réseau régulier de dislocations, dont la désorientation est de l'ordre de $0,1^\circ$ ($n^\circ 3$).

Ce type d'organisation des dislocations en réseau est couramment reporté dans la littérature pour les métaux et les céramiques. En général, les sous-joints de ce type sont constitués de réseaux intégrant différents ensembles de dislocations vis. Si leurs vecteurs de Burgers sont orthogonaux, alors les dislocations n'interagissent pas forcément et les lignes des dislocations forment un réseau carré dans le plan du joint de grain. Si leurs vecteurs de Burgers peuvent interagir pour former un troisième vecteur de Burgers alors les dislocations produisent un réseau hexagonal [Friedel 1964].

Dans le cas de l' UO_2 , ces différentes configurations ont déjà été observées par MET [Dherbey 2002]. Dans ce matériau, les réseaux hexagonaux ont été interprétés comme résultant du glissement de dislocations vis $\langle 110 \rangle$ dans les plans $\{001\}$ et de leur interaction, qui donne lieu à du glissement dévié dans les plans $\{111\}$. Plusieurs joints de ce type ont été étudiés en détail par A-ECCI pour identifier les dislocations à partir de critères d'invisibilité couramment appliqués en MET.

Identification de dislocations à partir de critères d'invisibilité

Notre méthodologie a été appliquée à plusieurs joints de faible désorientation induits lors du fluage de l' UO_2 pour une analyse complète du joint en appliquant les critères d'invisibilité $g \cdot b = 0$ et $g \cdot b \times u = 0$ pour connaître la nature des dislocations (vis ou coin) [48].

La figure 3.20a est une image A-ECCI à $g=(202)$ d'un sous-joint d'intérêt de très faible désorientation ($<0,4^\circ$). On distingue deux régions :

- (1) la région 1 : en haut du SJG de l'image A-ECCI, constituée par un réseau hexagonal de dislocations notées d_1 , d_2 et d_3 sur le schéma Figure 3.20c et dont des lignes forment un angle d'environ 120° entre elles.
- (2) la région 2 : en bas à droite du SJG de l'image A-ECCI, constituée par un réseau de dislocations individuelles parallèles entre elles, soit un mur de dislocations.

On observe une zone de transition entre les régions 1 et 2 : les cellules de dislocations hexagonales se déforment et s'allongent à partir de la Région 1 jusqu'à avoir un réseau de dislocations parallèles dans la Région 2 comme schématisé en Figure 3.20b. Les dislocations d_3 du réseau hexagonal s'allongent considérablement et viennent s'insérer au réseau de dislocations parallèles de la Région 2.

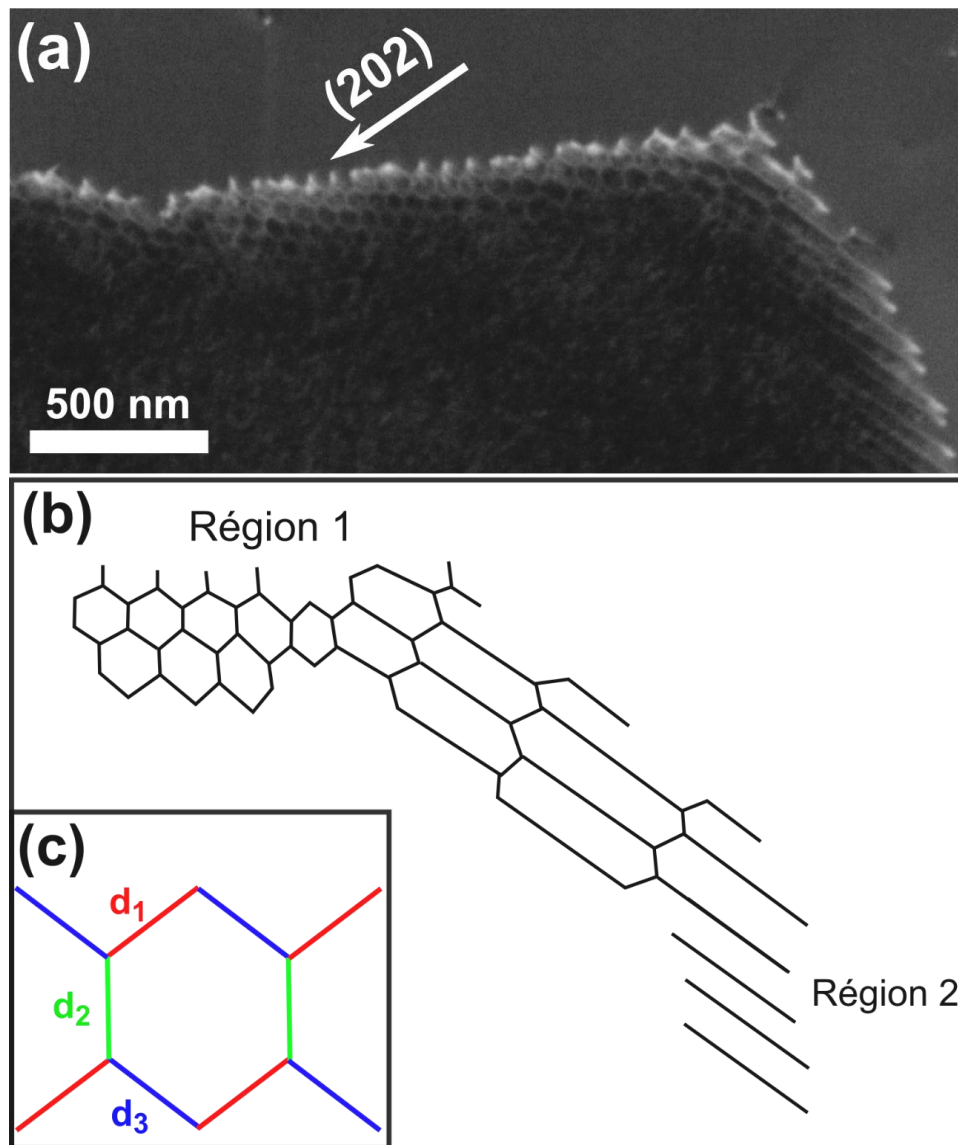


Figure 3.20 : (a) Une image A-ECCI à $g=(202)$ d'un sous-joint de grains (SJG) (b) Schématisation du réseau de dislocations formant le SJG dans les régions 1, 2 et la transition entre les deux. (c) Schématisation du réseau hexagonal (dislocation d_1 , d_2 et d_3) formant la région 1 du SJG.

En exploitant les extinctions totales (et parfois uniquement partielles) obtenues pour 6 conditions de canalisation et la compatibilité de la trace des lignes de dislocations avec des directions cristallographiques particulières, nous avons pu conclure que d_1 et d_2 sont des dislocations vis de vecteur de burgers respectif $b_1=1/2[-10-1]$ et $b_2=1/2[110]$ et d_3 peut être une dislocation coin de vecteur $b_3=1/2[0-11]$. La même méthodologie révèle également une configuration complexe de la région 2 avec 2 types de dislocations mixtes de vecteurs de Burgers respectifs : b_3 et b_1 partageant la même ligne de dislocations compatible avec la direction $[-211]$.

Conclusions et perspectives

L'objectif de ce dernier chapitre était de mettre en lumière la richesse des développements qui ont été conduits ces dernières années pour proposer des approches complémentaires et innovantes en microscopie d'orientation, principalement à partir de la microscopie électronique à balayage. Ces nouvelles approches ont été brièvement listées dans la partie introductive du chapitre. Elles élargissent le champ d'application des cartes d'orientations obtenues par la technique EBSD 'standard', en améliorant leur résolution spatiale ou leur résolution angulaire ou en proposant une extension vers des analyses tridimensionnelles. Toutes ces approches originales couplées aux progrès technologiques des colonnes électroniques enrichissent significativement les possibilités de caractériser les matériaux en microscopie électronique à balayage.

Mes travaux de recherche se sont inscrits dans cette dynamique, en contribuant

- (1) d'une part au développement de l'imagerie A-ECCI par l'acquisition de clichés HR-SACP en mode 'rocking beam' sur la colonne GEMINI – ZEISS
- (2) et d'autre part au développement de l'EBSD 3D en condition statique et plus largement à l'exploitation de la nanotomographie FIB à nos problématiques de recherche.

La méthodologie que nous avons proposée pour maîtriser les conditions de canalisation des électrons pour l'imagerie ECCI s'appuie sur l'acquisition de clichés SACP de haute résolution spatiale. Pour cela nous avons pris le contrôle de la trajectoire du faisceau d'électrons sur la colonne GEMINI pour créer un mode 'rocking beam'. Deux astuces nous permettent d'obtenir une résolution spatiale jamais démontrée jusqu'alors : d'une part une calibration du point pivot par l'utilisateur et d'autre part la combinaison d'un cliché SACP de faible ouverture angulaire avec l'orientation approximative déduite de l'EBSD. Cela nous permet d'obtenir une résolution de 500nm du point pivot pour appliquer de l'imagerie ECCI aux matériaux à grains fins ou déformés.

On peut noter que certaines sociétés spécialisées en microscopie ont également suivi cette tendance en proposant aujourd'hui des versions de colonnes électroniques intégrant à nouveau un mode rocking beam, le MEB FEG TESCAN MIRA avec une résolution démontrée de 20µm [57] et plus récemment Thermofisher sur la colonne FEI/Thermo Elstar [58]. Nulle doute que des évolutions sont encore à venir, en particulier en profitant de l'évolution des détecteurs BSE [59] [60].

Concernant la nano-tomographie au FIB, nous avons montré que l'imagerie 3D et l'EBSD 3D nous offre aujourd'hui de nouvelles possibilités d'explorer nos échantillons avec une résolution spatiale de quelques nanomètres en imagerie et une centaine de nanomètres en EBSD. Cela reste cependant des analyses destructives, limitées à un faible volume et souvent chronophages à la fois pour l'acquisition des données et leur exploitation. Elle n'est pas non plus sans impact sur le matériau. Même si nous n'avons pas insisté sur cet aspect dans ce chapitre, il faut avoir conscience que l'interaction du faisceau d'ions Gallium avec le matériau peut modifier son état métallurgique (implantation ionique, amorphisation, transformation de phase, recristallisation). Par conséquent, la nanotomographie FIB doit

être mise en œuvre de façon réfléchie, pour répondre à une question précise en s'assurant bien au préalable que la réponse est dans son champ d'application.

L'originalité de notre approche réside dans le développement de l'EBSD 3D en configuration statique. Il s'agit sans aucun doute d'une très bonne solution pour améliorer la qualité et réduire la durée des acquisitions 3D EBSD. Aujourd'hui elle est proposée par ZEISS sur sa nouvelle gamme de microscope en s'appuyant sur l'expérience acquise au travers de notre collaboration. Elle est également proposée sur d'autres FIBs, comme ceux commercialisés par JEOL et par Tescan. Notre expérience a montré que des corrections additionnelles restent nécessaires pour conserver la qualité de coupes et d'imageries égales sur plusieurs heures voire plusieurs jours d'analyse.

Plus largement, la nanotomographie FIB fait partie d'un ensemble de techniques exploitant la microscopie électronique à balayage pour l'analyse 3D des matériaux [61]. On peut citer l'émergence des « FIB plasma » [62], la pré-découpe par femto-laser couplée à un FIB [63] [64] [65] ou encore un dispositif de polissage ionique par un large faisceau d'argon intégré dans un MEB (Ar+ BIB-SEM integrated) [66]. Ces différentes techniques se complètent en offrant différentes vitesses de coupes pour expertiser des volumes de plus en plus larges avec parfois moins d'endommagement, des résolutions spatiales variables et une faisabilité diverse en fonction du type de matériau cible [61].

Notre objectif à court terme est d'accélérer la phase applicative des méthodes développées, en lien avec les thématiques de recherche de notre département et plus largement du laboratoire. Cela impliquera des efforts importants pour développer des codes de calculs pour le traitement 'avancé' des données d'orientations tridimensionnelles. De nouveaux projets s'inscrivent dans cette dynamique en particulier pour approfondir l'analyse des microstructures de transformation de phase. Il serait intéressant d'étendre la reconstruction cristallographique à des données EBSD-3D et de s'appuyer sur une analyse tri-dimensionnelle pour quantifier la distribution spatiale des produits de transformation de phase.

Par ailleurs, notre objectif serait aussi de développer la microscopie corrélative. Le système Zeiss Atlas 5 dispose d'un espace corrélatif, c'est-à-dire qu'il est possible de corréler spatialement des informations provenant de plusieurs techniques. L'aspect le plus intéressant pour le LEM3 est la possibilité de corréler les informations 3D provenant de tomographie X et de la tomographie FIB. Cette corrélation permettrait d'imager un échantillon en tomographie X (non destructif) avec une résolution de voxel de l'ordre du micron, puis de repérer une zone d'intérêt dans l'échantillon pour l'analyser en tomographie FIB avec une résolution de voxel de 10nm. Un dispositif de découpe laser associé au FIB serait particulièrement adapté pour dégager efficacement la zone à analyser. L'intérêt est l'analyse de microstructures multi-échelles, par exemple pour des échantillons avec différentes tailles de précipités ou bien des hétérogénéités de porosités.

Références Bibliographiques

- [1] R. R. Keller et R. H. Geiss, « Transmission EBSD from 10 nm domains in a scanning electron microscope », *Journal of Microscopy*, vol. 245, no 3, p. 245-251, 2012, doi: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2011.03566.x>.
- [2] P. W. Trimby, « Orientation mapping of nanostructured materials using transmission Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope », *Ultramicroscopy*, vol. 120, p. 16-24, sept. 2012, doi: [10.1016/j.ultramic.2012.06.004](https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2012.06.004).
- [3] E. Brodu, E. Bouzy, J.-J. Fundenberger, J. Guyon, A. Guitton, et Y. Zhang, « On-axis TKD for orientation mapping of nanocrystalline materials in SEM », *Materials Characterization*, vol. 130, p. 92-96, août 2017, doi: [10.1016/j.matchar.2017.05.036](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.05.036).
- [4] E. F. Rauch et M. Véron, « Automated crystal orientation and phase mapping in TEM », *Materials Characterization*, vol. 98, p. 1-9, déc. 2014, doi: [10.1016/j.matchar.2014.08.010](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2014.08.010).
- [5] E. F. Rauch et M. Véron, « Methods for orientation and phase identification of nano-sized embedded secondary phase particles by 4D scanning precession electron diffraction », *Acta Crystallogr B Struct Sci Cryst Eng Mater*, vol. 75, no 4, p. 505-511, août 2019, doi: [10.1107/S2052520619007583](https://doi.org/10.1107/S2052520619007583).
- [6] A. J. Wilkinson, G. Meaden, et D. J. Dingley, « High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity », *Ultramicroscopy*, vol. 106, no 4-5, p. 307-313, mars 2006, doi: [10.1016/j.ultramic.2005.10.001](https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2005.10.001).
- [7] C. Maurice, J. H. Driver, et R. Fortunier, « On solving the orientation gradient dependency of high angular resolution EBSD », *Ultramicroscopy*, vol. 113, p. 171-181, févr. 2012, doi: [10.1016/j.ultramic.2011.10.013](https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.10.013).
- [8] T. J. Ruggles, G. F. Bomarito, R. L. Qiu, et J. D. Hochhalter, « New levels of high angular resolution EBSD performance via inverse compositional Gauss–Newton based digital image correlation », *Ultramicroscopy*, vol. 195, p. 85-92, déc. 2018, doi: [10.1016/j.ultramic.2018.08.020](https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2018.08.020).
- [9] Q. Shi, S. Roux, F. Latourte, et F. Hild, « Estimation of elastic strain by integrated image correlation on electron diffraction patterns », *Ultramicroscopy*, vol. 199, p. 16-33, avr. 2019, doi: [10.1016/j.ultramic.2019.02.001](https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2019.02.001).
- [10] C. Ernould, B. Beausir, J.-J. Fundenberger, V. Taupin, et E. Bouzy, « Global DIC approach guided by a cross-correlation based initial guess for HR-EBSD and on-axis HR-TKD », *Acta Materialia*, vol. 191, p. 131-148, juin 2020, doi: [10.1016/j.actamat.2020.03.026](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.03.026).
- [11] C. Ernould, B. Beausir, J.-J. Fundenberger, V. Taupin, et E. Bouzy, « Integrated correction of optical distortions for global HR-EBSD techniques », *Ultramicroscopy*, vol. 221, p. 113158, févr. 2021, doi: [10.1016/j.ultramic.2020.113158](https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2020.113158).
- [12] C. Lafond, T. Douillard, S. Cazottes, P. Steyer, et C. Langlois, « Electron CHanneling ORientation Determination (eCHORD): An original approach to crystalline orientation mapping », *Ultramicroscopy*, vol. 186, p. 146-149, mars 2018, doi: [10.1016/j.ultramic.2017.12.019](https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2017.12.019).
- [13] C. Langlois et al., « Crystal orientation mapping via ion channeling: An alternative to EBSD », *Ultramicroscopy*, vol. 157, p. 65-72, oct. 2015, doi: [10.1016/j.ultramic.2015.05.023](https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2015.05.023).

- [14] M. M. Nowell et S. I. Wright, « Phase differentiation via combined EBSD and XEDS », *Journal of Microscopy*, Vol. 213, Pt 3 March 2004, pp. 296–305, <https://doi-org.insis.bib.cnrs.fr/10.1111/j.0022-2720.2004.01299.x>
- [15] X. Liu et al., « Heat-treatment induced defect formation in α -Al matrix in Sr-modified eutectic Al–Si alloy », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 730, p. 208-218, janv. 2018, doi: 10.1016/j.jallcom.2017.09.324.
- [16] S. Vernier et al., « iCHORD-SI combination as an alternative to EDS-EBSD coupling for the characterization of γ - γ' nickel-based superalloy microstructures », *Materials Characterization*, vol. 142, p. 492-503, août 2018, doi: 10.1016/j.matchar.2018.06.015.
- [17] M.-A. Charpagne, F. Strub, et T. M. Pollock, « Accurate reconstruction of EBSD datasets by a multimodal data approach using an evolutionary algorithm », *Materials Characterization*, vol. 150, p. 184-198, avr. 2019, doi: 10.1016/j.matchar.2019.01.033.
- [18] T. P. McAuliffe, A. Foden, C. Bilsland, D. Daskalaki Mountanou, D. Dye, et T. B. Britton, « Advancing characterisation with statistics from correlative electron diffraction and X-ray spectroscopy, in the scanning electron microscope », *Ultramicroscopy*, vol. 211, p. 112944, avr. 2020, doi: 10.1016/j.ultramic.2020.112944.
- [19] M. A. Crimp, B. A. Simkin, et B. C. Ng, « Demonstration of the $g \cdot b \times u = 0$ edge dislocation invisibility criterion for electron channelling contrast imaging », *Philosophical Magazine Letters*, vol. 81, no 12, p. 833-837, déc. 2001, doi: 10.1080/09500830110088755.
- [20] A. J. Wilkinson et P. B. Hirsch, « Electron diffraction based techniques in scanning electron microscopy of bulk materials », *Micron*, vol. 28, no 4, p. 279-308, août 1997, doi: 10.1016/S0968-4328(97)00032-2.
- [21] S. Zaefferer et N.-N. Elhami, « Theory and application of electron channelling contrast imaging under controlled diffraction conditions », *Acta Materialia*, vol. 75, p. 20-50, août 2014, doi: 10.1016/j.actamat.2014.04.018.
- [22] G. Naresh-Kumar et al., « Rapid Nondestructive Analysis of Threading Dislocations in Wurtzite Materials Using the Scanning Electron Microscope », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 108, no 13, p. 135503, mars 2012, doi: 10.1103/PhysRevLett.108.135503.
- [23] J. J. L. Mulders et A. P. Day, « Three-Dimensional Texture Analysis », *Materials Science Forum*, 2005. <https://www.scientific.net/MSF.495-497.237> .
- [24] M. A. Groeber, B. K. Haley, M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, et S. Ghosh, « 3D reconstruction and characterization of polycrystalline microstructures using a FIB–SEM system », *Materials Characterization*, vol. 57, no 4-5, p. 259-273, déc. 2006, doi: 10.1016/j.matchar.2006.01.019.
- [25] S. Zaefferer, S. I. Wright, et D. Raabe, « Three-Dimensional Orientation Microscopy in a Focused Ion Beam–Scanning Electron Microscope: A New Dimension of Microstructure Characterization », *Metall and Mat Trans A*, vol. 39, no 2, p. 374-389, févr. 2008, doi: 10.1007/s11661-007-9418-9.
- [26] J. Ruiz-Vargas, N. Siredey-Schwaller, P. Noyrez, S. Mathieu, P. Bocher, et N. Gey, « Potential and limitations of microanalysis SEM techniques to characterize borides in brazed Ni-based superalloys », *Materials Characterization*, vol. 94, p. 46-57, août 2014, doi: 10.1016/j.matchar.2014.04.009.

- [27] T. Örs, J.-S. Micha, N. Gey, V. Michel, O. Castelnau, et R. Guinebretiere, « EBSD-assisted Laue microdiffraction for microstrain analysis », *J Appl Crystallogr*, vol. 51, no 1, p. 55-67, févr. 2018, doi: 10.1107/S1600576717017150.
- [28] T. Ors et al., « Huge local elastic strains in bulk nanostructured pure zirconia materials », *Materials Science and Engineering: A*, p. 140817, janv. 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.140817.
- [29] B. J. Inkson, M. Mulvihill, et G. Möbus, « 3D determination of grain shape in a FeAl-based nanocomposite by 3D FIB tomography », *Scripta Materialia*, vol. 45, no 7, p. 753-758, oct. 2001, doi: 10.1016/S1359-6462(01)01090-9.
- [30] T. Sakamoto, Z. Cheng, M. Takahashi, M. Owari, et Y. Nihei, « Development of an Ion and Electron Dual Focused Beam Apparatus for Three-Dimensional Microanalysis », *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 37, no Part 1, No. 4A, p. 2051-2056, avr. 1998, doi: 10.1143/JJAP.37.2051.
- [31] H. Sharma, S. M. C. van Bohemen, R. H. Petrov, et J. Sietsma, « Three-dimensional analysis of microstructures in titanium », *Acta Materialia*, vol. 58, no 7, p. 2399-2407, avr. 2010, doi: 10.1016/j.actamat.2009.12.026.
- [32] M. Salib, « Étude cinétique et cristallographique de la précipitation de la phase α aux joints de grains β/β dans un alliage de titane », *These de doctorat, Université de Lorraine*, 2015. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2015LORR0042>
- [33] M. Groeber, B. Haley, M. Uchic, et S. Ghosh, « Microstructural characterization using 3-D orientation data collected by an automated FIB-EBSD system », in *Materials Processing and Design: Modeling, Simulation and Applications, Pts 1 and 2*, vol. 712, S. Ghosh, J. M. Castro, et J. K. Lee, Éd. Melville: Amer Inst Physics, 2004, p. 1712-1718.
- [34] W. Xu, M. Ferry, N. Mateescu, J. M. Cairney, et F. J. Humphreys, « Techniques for generating 3-D EBSD microstructures by FIB tomography », *Materials Characterization*, vol. 58, no 10, p. 961-967, oct. 2007, doi: 10.1016/j.matchar.2006.10.001.
- [35] M. A. Groeber, B. K. Haley, M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, et S. Ghosh, « 3D reconstruction and characterization of polycrystalline microstructures using a FIB-SEM system », *Materials Characterization*, vol. 57, no 4-5, p. 259-273, déc. 2006, doi: 10.1016/j.matchar.2006.01.019.
- [36] P. J. Konijnenberg, S. Zaefferer, et D. Raabe, « Assessment of geometrically necessary dislocation levels derived by 3D EBSD », *Acta Materialia*, vol. 99, p. 402-414, oct. 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2015.06.051.
- [37] Y. Guo, D. M. Collins, E. Tarleton, F. Hofmann, A. J. Wilkinson, et T. B. Britton, « Dislocation density distribution at slip band-grain boundary intersections », *Acta Materialia*, vol. 182, p. 172-183, janv. 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2019.10.031.
- [38] J. Guyon, N. Gey, D. Goran, S. Chalal, et F. Pérez-Willard, « Advancing FIB assisted 3D EBSD using a static sample setup », *Ultramicroscopy*, vol. 161, p. 161-167, févr. 2016, doi: 10.1016/j.ultramic.2015.11.011.
- [39] J. Génée, S. Berbenni, N. Gey, R. A. Lebensohn, et F. Bonnet, « Particle interspacing effects on the mechanical behavior of a Fe-TiB₂ metal matrix composite using FFT-based mesoscopic field dislocation mechanics », *Adv. Model. and Simul. in Eng. Sci.*, vol. 7, no 1, p. 6, déc. 2020, doi: 10.1186/s40323-020-0141-z.
- [40] J. Génée, N. Gey, F. Bonnet, R. A. Lebensohn, et S. Berbenni, « Experimental and numerical investigation of key microstructural features influencing the localization of

- plastic deformation in Fe-TiB₂ metal matrix composite* », *J Mater Sci*, avr. 2021, doi: 10.1007/s10853-021-06017-7.
- [41] H. Mansour, « *Caractérisation des défauts cristallins au MEB par canalisation d'électrons assistée par diagrammes pseudo-Kikuchi haute résolution : application à l'acier IF, UO₂ et TiAl* », Université de Lorraine, 2016.
- [42] J. Guyon, H. Mansour, N. Gey, M. A. Crimp, S. Chalal, et N. Maloufi, « *Sub-micron resolution selected area electron channeling patterns* », *Ultramicroscopy*, vol. 149, p. 34-44, févr. 2015, doi: 10.1016/j.ultramic.2014.11.004.
- [43] H. Mansour, J. Guyon, M. A. Crimp, N. Gey, B. Beausir, et N. Maloufi, « *Accurate electron channeling contrast analysis of dislocations in fine grained bulk materials* », *Scripta Materialia*, vol. 84-85, p. 11-14, 2014, doi: 10.1016/j.scriptamat.2014.03.001.
- [44] H. Mansour, M. A. Crimp, N. Gey, et N. Maloufi, « *Accurate electron channeling contrast analysis of a low angle sub-grain boundary* », *Scripta Materialia*, vol. 109, p. 76-79, déc. 2015, doi: 10.1016/j.scriptamat.2015.07.023.
- [45] M. Ben Saada, « *Étude du comportement visco-plastique du dioxyde d'uranium : quantification par analyse EBSD et ECCI des effets liés aux conditions de sollicitation et à la microstructure initiale* », *These de doctorat*, Université de Lorraine, 2017. Disponible sur: <http://www.theses.fr/2017LORR0270>
- [46] X. Iltis, M. Ben Saada, H. Mansour, N. Gey, A. Hazotte, et N. Maloufi, « *A new characterization approach for studying relationships between microstructure and creep damage mechanisms of uranium dioxide* », *Journal of Nuclear Materials*, vol. 474, p. 1-7, juin 2016, doi: 10.1016/j.jnucmat.2016.02.027.
- [47] M. Ben Saada, N. Gey, B. Beausir, X. Iltis, H. Mansour, et N. Maloufi, « *Sub-boundaries induced by dislocational creep in uranium dioxide analyzed by advanced diffraction and channeling electron microscopy* », *Materials Characterization*, vol. 133, p. 112-121, nov. 2017, doi: 10.1016/j.matchar.2017.09.023.
- [48] H. Mansour, M. A. Crimp, N. Gey, X. Iltis, et N. Maloufi, « *Dislocation analysis of a complex sub-grain boundary in UO₂ ceramic using accurate electron channelling contrast imaging in a scanning electron microscope* », *Ceramics International*, vol. 45, no 15, p. 18666-18671, oct. 2019, doi: 10.1016/j.ceramint.2019.06.091.
- [49] D. G. Coates, « *Kikuchi-like reflection patterns obtained with the scanning electron microscope* », *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 16, no 144, p. 1179-1184, 1967, doi: 10.1080/14786436708229968.
- [50] G. R. Booker, A. M. B. Shaw, M. J. Whelan, et P. B. Hirsch, « *Some comments on the interpretation of the 'kikuchi-like reflection patterns' observed by scanning electron microscopy* », *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 16, no 144, p. 1185-1191, déc. 1967, doi: 10.1080/14786436708229969.
- [51] C. G. Van Essen, E. M. Schulson, et R. H. Donaghy, « *Electron Channelling Patterns from Small (10 μ m) Selected Areas in the Scanning Electron Microscope* », *Nature*, vol. 225, no 5235, Art. no 5235, févr. 1970, doi: 10.1038/225847a0.
- [52] D. C. Joy et G. R. Booker, « *Simultaneous display of micrograph and selected-area channelling pattern using the scanning electron microscope* », *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, vol. 4, no 11, p. 837-842, nov. 1971, doi: 10.1088/0022-3735/4/11/001.
- [53] C. Trager-Cowan et al., « *Advances in electron channelling contrast imaging and electron backscatter diffraction for imaging and analysis of structural defects in the*

- scanning electron microscope », *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, vol. 891, p. 012023, août 2020, doi: 10.1088/1757-899X/891/1/012023.
- [54] T. J. Ruggles, Y. S. J. Yoo, B. E. Dunlap, M. A. Crimp, et J. Kacher, « Correlating results from high resolution EBSD with TEM- and ECCI-based dislocation microscopy: Approaching single dislocation sensitivity via noise reduction », *Ultramicroscopy*, vol. 210, p. 112927, mars 2020, doi: 10.1016/j.ultramic.2019.112927.
- [55] D. An, H. Zhao, B. Sun, et S. Zaefferer, « Direct observations of collinear dislocation interaction in a Fe-17.4 Mn-1.50 Al-0.29 C (wt.%) austenitic steel under cyclic loading by in-situ electron channelling contrast imaging and cross-correlation electron backscatter diffraction », *Scripta Materialia*, vol. 186, p. 341-345, sept. 2020, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.05.044.
- [56] B. E. Dunlap, T. J. Ruggles, D. T. Fullwood, B. Jackson, et M. A. Crimp, « Comparison of dislocation characterization by electron channeling contrast imaging and cross-correlation electron backscattered diffraction », *Ultramicroscopy*, vol. 184, p. 125-133, janv. 2018, doi: 10.1016/j.ultramic.2017.08.017.
- [57] J. Dluhoš, L. Sedlacek, et J. Man, *Application of electron channeling contrast imaging in study of polycrystalline materials and visualization of crystal lattice defects*. 2015.
- [58] R. D. Kerns, S. Balachandran, A. H. Hunter, et M. A. Crimp, « Ultra-high spatial resolution selected area electron channeling patterns », *Ultramicroscopy*, vol. 210, p. 112915, mars 2020, doi: 10.1016/j.ultramic.2019.112915.
- [59] B. G. Mendis, J. Barthel, S. D. Findlay, et L. J. Allen, « Inelastic Scattering in Electron Backscatter Diffraction and Electron Channeling Contrast Imaging », *Microscopy and Microanalysis*, vol. 26, no 6, p. 1147-1157, déc. 2020, doi: 10.1017/S1431927620024605.
- [60] H. Han et al., « Enhancing the defect contrast in ECCI through angular filtering of BSEs », *Ultramicroscopy*, vol. 210, p. 112922, mars 2020, doi: 10.1016/j.ultramic.2019.112922.
- [61] M. P. Echlin, T. L. Burnett, A. T. Polonsky, T. M. Pollock, et P. J. Withers, « Serial sectioning in the SEM for three dimensional materials science », *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 24, no 2, p. 100817, avr. 2020, doi: 10.1016/j.cossms.2020.100817.
- [62] T. L. Burnett et al., « Large volume serial section tomography by Xe Plasma FIB dual beam microscopy », *Ultramicroscopy*, vol. 161, p. 119-129, févr. 2016, doi: 10.1016/j.ultramic.2015.11.001.
- [63] M. P. Echlin, A. Mottura, C. J. Torbet, et T. M. Pollock, « A new TriBeam system for three-dimensional multimodal materials analysis », *Review of Scientific Instruments*, vol. 83, no 2, p. 023701, févr. 2012, doi: 10.1063/1.3680111.
- [64] M. P. Echlin, M. Straw, S. Randolph, J. Filevich, et T. M. Pollock, « The TriBeam system: Femtosecond laser ablation in situ SEM », *Materials Characterization*, vol. 100, p. 1-12, févr. 2015, doi: 10.1016/j.matchar.2014.10.023.
- [65] S. Hémerly et al., « A 3D analysis of the onset of slip activity in relation to the degree of micro-texture in Ti-6Al-4V », *Acta Materialia*, vol. 181, p. 36-48, déc. 2019, doi: 10.1016/j.actamat.2019.09.028.
- [66] A. Gholinia et al., « Coupled Broad Ion Beam-Scanning Electron Microscopy (BIB-SEM) for polishing and three dimensional (3D) serial section tomography (SST) », *Ultramicroscopy*, vol. 214, p. 112989, juill. 2020, doi: 10.1016/j.ultramic.2020.112989.

Annexe 2

Production Scientifique

Bilan de la production scientifique : WEB OF SCIENCE JUIN 2021

Results found:	95
Sum of the Times Cited	2873
Sum of Times Cited without self-citations:	2672
Citing Articles :	2018
Citing Articles without self-citations :	1947
Average Citations per Item :	30.24
h-index :	32

Production Scientifique Dans Des Revues A Comité De Lecture ***A2-2***

Production Scientifique Dans Des Actes De Colloques ***A2-8***

Conférences Invitées ***A2-12***

Communication Orale Ou Poster ***A2-13***

PRODUCTION SCIENTIFIQUE DANS DES REVUES A COMITE DE LECTURE

2021

J. Genee, **N. Gey**, Ricardo A Lebensohn, F. Bonnet, S. Berbenni, 'Experimental and numerical investigation of key microstructural features influencing the localization of plastic deformation in Fe-TiB₂ metal matrix composite', *Journal of Materials Science* DOI: <https://doi.org/10.1007/s10853-021-06017-7>.

Ors T., Gouraud F., Michel V., Huger M., **Gey N.**, Micha J.-S., Castelnau O., Guinebretière R. (2021). Huge local elastic strains in bulk nanostructured pure zirconia materials.

Materials Science and Engineering: A, 806:140817. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140817>.

Purushottam Raj Purohit R. R. P., Richeton T., Berbenni S., Germain L., **Gey N.**, Connolley T., Castelnau O. (2021). Estimating single-crystal elastic constants of polycrystalline β metastable titanium alloy: A Bayesian inference analysis based on high energy X-ray diffraction and micromechanical modeling. *Acta Materialia*, 208:116762. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.116762>.

2020 :

W.C. Lenthe, L. Germain, M.R. Chini, **N. Gey**, L. Germain, M. De Graef, Spherical Indexing of Overlap EBSD Patterns for Orientation-related Phases - Application to Titanium', *Acta Materialia* Vol. 188, DOI: 10.1016/j.actamat.2020.02.025, (2020)

J. GENÉE, S. BERBENNI, **N. GEY**, R.A. LEBENSOHN, F. BONNET, Particle interspacing effects on the mechanical behavior of a Fe-TiB₂ metal matrix composite using FFT-based mesoscopic field dislocation mechanics. *Advanced Modeling and Simulation in Engineering Sciences*, 7(1), 1-23 (2020)

S. LHADI, R. PURUSHOTTAM RAJ PUROHIT, T. RICHETON, **N. GEY**, S. BERBENNI, O. PERROUD, L. GERMAIN, Elasto-viscoplastic tensile behavior of as-forged Ti-1023 alloy: experiments and micromechanical modeling, *Materials Science & Engineering A* 787 - doi.org/10.1016/j.msea.2020.139491 (2020)

L. GERMAIN, Y. SAMIH, P. DELALEAU, J. GILGERT, **N. GEY**, 'Analysis of Cold Dwell Fatigue Crack Initiation Site in a beta-Forged Ti-6242 Disk in Relation with Local Texture', *Metals* 10 (7) 951 <https://doi.org/10.3390/met10070951> (2020)

M. BEN SAADA, X. ILTIS, **N. GEY**, A. MIARD, P. GARCIA, N. MALOUFI, Influence of intra-granular void distribution on the grain sub-structure of UO₂ pellets after high temperature compression tests, *Journal of Nuclear Materials* (2020) - <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2020.152632>.

2019 :

M. BEN SAADA, X. ILTIS, **N. GEY**, B. BEAUSIR, A. MIARD, P. GARCIA, N. MALOUFI, Influence of strain conditions on the grain sub-structuration in crept uranium dioxide pellets, *J. of Nucl. Mat.* 518 (2019) 265-273

H. MANSOUR, M.A. CRIMP, **N. GEY**, X. ILTIS, N. MALOUFI, Dislocation analysis of a complex sub-grain boundary in UO₂ ceramic using accurate electron channelling contrast imaging in a scanning electron microscope, *Ceramics international*, DOI:doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.06.091, (2019)

L. GERMAIN, **N. GEY**, M. HUMBERT, Reconstruction of deformed parent grains from microstructure inherited by phase transformations, *Scripta Mater.* 158 (2019) 91-94

2018 :

T. ORS, J-S MICHA, **N. GEY**, V. MICHEL, O. CASTELAU, R. GUINEBRETIERE, Ebsd-Assisted Laue Microdiffraction For Microstrain Analysis , *Journal Of Applied Crystallography*, Volume: 51, Part:1 (2018) 55-67.

S. LHADI, M-R CHINI, T. RICHTON, **N.GEY**, L. GERMAIN, S. BERBENNI, *Micromechanical Modeling Of The Elasto-Viscoplastic Behavior And Incompatibility Stresses Of Beta-Ti Alloys*, **Materials** (Basel, Switzerland), Volume: 11, Issue: 7, (2018)

S. LHADI, S. BERBENNI, **N. GEY**, T. RICHTON, L. GERMAIN, *Micromechanical modeling of the effect of elastic and plastic anisotropies on the mechanical behavior of β -Ti alloys*, **International Journal of Plasticity**, Volume 109, (2018), 88-107

M. BEN HAJ SLAMA, **N. GEY**, L. GERMAIN, K. ZHU, S. ALLAIN, *Key Parameters to Promote Granularization of Lath-Like Bainite/Martensite in Ferritic Alloys during Isothermal Holding*, **Materials** 2018, 11, 1808; doi:10.3390/ma11101808 (www.mdpi.com/journal/materials)

F. BEN SAADA, Z. ANTAR, K. ELLEUCH, P. PONTIAUX, **N. GEY**, *The effect of nanocrystallized surface on the tribocorrosion behavior of 304L stainless steel*, **Wear**, 394-395 (2018), 71-79

2017 :

T. LIU, L. GERMAIN, J. TEIXEIRA, E. AEBY-GAUTIER, **N. GEY**, *Hierarchical criteria to promote fast and selective α GB precipitation at β grain boundaries in β -metastable Ti-alloys*, **Acta Materialia** 141 (2017) 97-108

M. BEN SAADA, **N. GEY**, B. BEAUSIR, X. ILTIS, H. MANSOUR, N. MALOUFI, *Sub-boundaries induced by dislocational creep in uranium dioxide analyzed by advanced diffraction and channeling electron microscopy*, **Materials Characterization** 133 (2017) 112-121

Y. ZHANG, F. YU, S. HAO, F. DONG, Y. XU, W. GENG, N. ZHANG, **N. GEY**, T. GROSDIDIER, C. DONG, *Evolution of Nanostructure and Metastable Phases at the Surface of a HCPEB-Treated WC-6% Co Hard Alloy with Increasing Irradiation Pulse Numbers*, **COATINGS**, vol.7, Issue 11, Article number 178 (2017)

2016 :

M. BEN HAJ SLAMA, **N. GEY**, L. GERMAIN, J.C.HELL, K. ZHU, S. ALLAIN, *'Fast Granularization of lath-like Bainite in FeNiC Alloys during Isothermal Holding at Ms+20°C*, **Metall and Mat. Trans. A** 47 (2016) 15-18

J. GUYON, **N. GEY**, D. GORAN, S. CHALAL, F. PEREZ-WILLARD, *Advancing FIB assisted 3D EBSD using a static sample setup*, **Ultramicroscopy**, 161 (2016) 161-167

X. ILTIS, M. BEN SAADA, H. MANSOUR, **N. GEY**, A. HAZOTTE, N. MALOUFI, *'A New Characterization Approach For Studying Relationships Between Microstructure And Creep Damage Mechanisms Of Uranium Dioxide' J. of Nuclear Materials* 474 (2016) 1-7.

2015 :

M. HUMBERT, L. GERMAIN, **N. GEY**, E. BOUCARD, *Evaluation of the orientation relations from misorientation between inherited variants: Application to ausformed martensite*, **Acta Mater**, 82 (2015), 137-144

X. ILTIS, **N. GEY**, C. CAGNA, A. HAZOTTE, PH. SORNAY, *Microstructural evolution of uranium dioxide following compression creep tests: An EBSD and image analysis study*, **Journal of Nuclear Material**, 456 (2015), 426-435

J. GUYON, H. MANSOUR, **N. GEY**, M.A. CRIMP, S. CHALAL, N. MALOUFI, *Sub-Micron Resolution Selected Area Electron Channeling Patterns*, **Ultramicroscopy**, 149 (2015) 34-44

H. MANSOUR, M.A. CRIMP, **N. GEY**, N. MALOUFI, *Accurate electron channeling contrast analysis of a low angle sub-grain boundary*, **Scripta Materialia** 109 (2015) 76-79

D. FERDIAN, C. JOSSE, P. NGUYEN, **N. GEY**, N. RATEL-RAMOND, P. DE PARSEVAL, Y. THEBAULT, BENOIT MALARD, J. LACAZE, and L. SALVO, *Chinese Script vs Plate-Like Precipitation of Beta-Al₉Fe₂Si₂ Phase in an Al-6.5Si-1Fe Alloy*, **Metallurgical and Materials Transactions A**, 46A-6 (2015) 2814-2818.

2014 :

H. MANSOUR, J. GUYON, M.A. CRIMP, **N. GEY**, B. BEAUSIR, N. MALOUFI, Accurate electron channeling contrast analysis of dislocations in fine grained bulk materials. *Scripta Materialia* 84-85 (2014) 11-14

B. KIM, E. BOUCARD, T.SOURMAIL, D. SAN MARTIN, **N. GEY**, PEJ. RIVERA-DIAZ-DEL-CASTILLO, The influence of silicon in tempered martensite: Understanding the microstructure-properties relationship in 0.5-0.6 wt.% C steels, *Acta Mater.* 68-15 (2014) 169-178

L. GERMAIN, D. KRATSCH, M. SALIB, **N. GEY**, Identification of sub-grains and low angle boundaries beyond the angular resolution of EBSD maps, *Materials Characterization*, 98 (2014), 66-72

C. BUIRETTE, J. HUEZ, **N. GEY**, A. VASSEL, E. ANDRIEU, Study of crack propagation mechanisms during Charpy impact toughness tests on both equiaxed and lamellar microstructures of Ti-6Al-4V titanium alloy, *Materials Science and Engineering A*, 618 (2014) 546-557

J. RUIZ-VARGAS, N. SIREDEY-SCHWALLER, P. NOYREZ, S. MATHIEU, P. BOCHER, **N. GEY**, Potential and limitations of microanalysis SEM techniques to characterize borides in brazed Ni-based superalloys, *Materials Characterization* 94 (2014) 46-57

2013 :

J. RUIZ VARGAS, N. SIREDEY-SCHWALLER, **N. GEY**, P. BOCHER, A. HAZOTTE, Microstructure development during isothermal brazing of Ni/BNi-2 couples", *Journal of Materials Processing Technology* **213** (2013) 20–29

C. PATAPY, M. HUGER, T. CHOTARD, R. GUINEBRETIERE, **N. GEY**, M. HUMBERT, A. HAZOTTE, Solidification structure in pure zirconia liquid molten phase, *Journal of the European Ceramic Society*, 33 (2013) 259–268
[ACL](#)

A. MOREAU, L. TOUBAL, P. BOCHER, M. HUMBERT, E. UTA, **N. GEY**, Evaluation of macrozone dimensions by ultrasound and EBSD techniques, *Material Characterization* 75 (2013) 115-128

M. SALIB, J. TEIXEIRA, L. GERMAIN, N. GEY, E. AEBY-GAUTIER, Influence of transformation temperature on microtexture formation associated with alpha precipitation at beta grain boundaries in a beta metastable titanium alloy, *Acta Materialia*, 61-10 (2013) 3758-3768

2012 :

C. PATAPY, **N. GEY**, A. HAZOTTE, M. HUMBERT, D. CHATEIGNER, R. GUINEBRETIERE, M. HUGER, T. CHOTARD, Mechanical behavior characterization of high zirconia fused-cast refractories at high temperature: Influence of the cooling stage on microstructural changes, *Journal of the European Ceramic Society*, 32 (2012) 3929–3939

L. GERMAIN, **N. GEY**, R. MERCIER, P. BLAINEAU, M. HUMBERT, An advanced approach to reconstructing parent orientation maps in the case of approximate orientation relations: Application to steels, *Acta Materialia* 60 (2012) 4551-4562

N. GEY, P. BOCHER, E. UTA, L. GERMAIN, M. HUMBERT, Texture and microtexture variations in a near-alpha titanium forged disk of bimodal microstructure, *Acta Materialia* 60 (2012) 2647-265.

2011 :

J.C. HELL, M. DEHMAS, S. ALLAIN, J.M. PRADO, A. HAZOTTE, J.P. CHATEAU, **N. GEY**, Microstructure / properties relationships in carbide-free bainitic steels, *ISIJ International* 51 (2011) 1724–1732

M. HUMBERT, P. BLAINEAU, L. GERMAIN AND N. GEY, Refinement of orientation relations occurring in phase transformation based on considering only the orientations of the variants, *Scripta Materialia* 64 (2011) 114-117

N. GEY, P. BLAINEAU, L. GERMAIN, M. HUMBERT, D. BARBIER, A. PERLADE, Restitution of the shapes and orientations of the prior austenitic grains from inherited alpha' orientation maps in steels, *Solid State Phenomena* Vols. 172-174 (2011) 911-915

2010 :

▣ **M. HUMBERT, N. GEY, C. PATAPY, E. JOUSSEIN, M. HUGER, R. GUINEBRETIERE, T. CHOTARD, A. HAZOTTE, Identification and orientation determination of parent cubic domains from EBSD maps of monoclinic pure zirconia, *Scripta Mater.* 63 (2010) 411-414.**

Avant 2010 :

2009 Texture heterogeneities in alpha(p)/alpha(s) titanium forging analysed by EBSD-Relation to fatigue crack propagation

E. Uta, **N. Gey**, P. Bocher, M. Humbert, and J. Gilgert

Journal of Microscopy-Oxford 233 (2009) 451-459

2009 Analysis of the tensile behavior of a TWIP steel based on the texture and microstructure evolutions

D. Barbier, **N. Gey**, S. Allain, N. Bozzolo, and M. Humbert

Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 500 (2009) 196-206. – **Top cited in 2011**

2009 EBSD for analyzing the twinning microstructure in fine-grained TWIP steels and its influence on work hardening

D. Barbier, **N. Gey**, N. Bozzolo, S. Allain, and M. Humbert

Journal of Microscopy-Oxford 235 (2009) 67-78

2009 Analysis of backscattered ultrasound amplitude of Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.5Mo-0.3Si samples in terms of their microstructures and local textures

M. Humbert, A. Moreau, E. Uta, **N. Gey**, P. Bocher, and C. Bescond

Acta Materialia 57 (2009) 708-714

2008 Texture heterogeneities induced by subtransus processing of near alpha titanium alloys

L. Germain, **N. Gey**, M. Humbert, P. Vo, M. Jahazi, and P. Bocher

Acta Materialia 56 (2008) 4298-4308

2007 Magnetic melt process and texture analysis of high temperature superconductor YBa2Cu3O7-delta for electrical applications

WANG J., MALOUFI N., **GEY N.**, ESLING C.

Ferroelectrics, Vol 353, p249-257

2007 Surface modification of Ni(50.6at. %)Ti by high current pulsed electron beam Treatment

ZHANG K., ZOU J., GROSDIDIER T., **GEY N.**, YANG D., HAO S., DONG C.

Journal of Alloys and Compounds, Vol 434, p682-685

2007 Determination of parent orientation maps in advanced titanium based alloys

GERMAIN L., DEY S., HUMBERT M., **GEY N.**

Journal of Microscopy, Vol 227, p284-291

2007 In situ observation of texture evolution during alpha to beta and beta to alpha transformations in titanium alloys investigated by neutron diffraction

LONARDELLI I., **GEY N.**, WENK H., HUMBERT M., VOGEL S., LUTTEROTTI L.

Acta Materialia, 55, p 5718–5727

- 2007 **Reliability of reconstructed beta-orientation maps in titanium alloys**
GERMAIN L., GEY N., HUMBERT M.
Ultramicroscopy, Vol 107, p1129-1135
- 2007 **Mechanisms of structural evolutions associated with high current pulsed electron beam treatment of a NiTi shape memory alloy**
ZHANG K., ZOU J., GROSDIDIER T., GEY N., WEBER S., YANG D., DONG C.
Journal of Vacuum Science and Technology A, Vol 25(1), p28-36
- 2007 **Deformation behavior and microstructure/texture evolution of an annealed 304 AISI stainless steel sheet. Experimental and micromechanical modeling**
PETIT B., GEY N., CHERKAOUI M., BOLLE B., HUMBERT M.
International Journal of Plasticity, Vol 23(2), p323-341
- 2007 **Analysis of the gamma - epsilon - alpha' variant selection induced by 10% plastic deformation in 304 stainless steel at -60°C**
HUMBERT M., PETIT B., BOLLE B., GEY N.
Materials Science and Engineering A- Structural Materials Properties Microstructure and Processing, Vol 454, p508-517
- 2006 **Study of the variant selection in sharp textured regions of bimodal IMI 834 billet**
HUMBERT M., GERMAIN L., GEY N., BOCHER P., JAHAZI M.
Materials Science and Engineering A- Structural Materials Properties Microstructure and Processing, Vol 430 (1-2), p157-164
- 2005 **Analysis of sharp microtexture heterogeneities in a bimodal IMI 834 billet**
GERMAIN L., GEY N., HUMBERT M., BOCHER P., JAHAZI M.
Acta Materialia, Vol 53, p3535-3543
- 2005 **EBSD study of epsilon/alpha' martensitic variants induced by plastic deformation in 304 stainless steel**
GEY N., PETIT B., HUMBERT M.
Metallurgical and Materials Transactions A, Vol 36A (12), p3291-3299
- 2005 **An automated method to analyze separately the microtextures of primary alpha p grains and the secondary alpha s inherited colonies in bimodal titanium alloys**
GERMAIN L., GEY N., HUMBERT M., HAZOTTE A., BOCHER P., JAHAZI M.
MATERIALS CHARACTERIZATION, Vol 54, p216-222
- 2004 **High temperature tempering behaviors in a structural steel under high magnetic field**
ZHANG Y., GEY N., HE C., ZHAO X., ZUO L., ESLING C.
Acta Materialia, Vol 52, p3467-3474
- 2004 **Study of the beta->alpha variant selection for a zircalloy-4 rod heated to the beta transus in presence or not of an axial tensile stress**
GEY N., HUMBERT M., GAUTIER E., BECHADE J.L.
Journal of Nuclear Materials, Vol 328, p137-145
- 2003 **Elasticity-based model of the variant selection observed on the beta - alpha phase transformation of a Zircalloy-4 sample**

- HUMBERT M., GEY N.
Acta Materialia, Vol 51(16), p4783-4790
- 2003 **EBSD data analysis to built the crystal orientation map of the parent β phase from the alpha inherited one application to the study of the β - alpha variant selection.**
GEY N., HUMBERT M.
Journal of Materials Science, Vol 38(6), p1289-1294
- 2002 **The calculation of a parent grain orientation from inherited variants for approximate (bcc-hcp) orientation relations**
HUMBERT M., GEY N.
Journal of Applied Crystallography, Vol 35, p401-405
- 2002 **Study of the b/a phase transformation of Zy-4 in presence of applied stresses at heating. Analysis of the inherited microstructures and textures**
GEY N., GAUTIER E., HUMBERT M., CERQUEIRA A., BECHADE J.L., ARCHAMBAULT P.
Journal of Nuclear Materials, Vol 302, p175-184
- 2002 **Characterization of the selection occurring during the alpha - beta - alpha phase transformations of a cold rolled titanium**
GEY N., HUMBERT M.
Acta Materialia, Vol 50, p277-287
- 2001 **Restitution of high temperature parent textures of BCC and HCP polycrystals by a non linear positivity method**
HUMBERT M., GEY N., GARDIOLA B., ESLING C.
Acta Materialia, Vol 49, p445-451
- 2000 **Study of the alpha to beta phase transformation of a Ti-6Al-4V sheet by means of texture change**
GEY N., HUMBERT M., MOUSTAFID H.
Scripta Materialia, Vol 42 (6), p525-530
- 2000 **A non linear positive method to reconstruct the parent textures from the inherited textures in phase transformation**
HUMBERT M., GEY N., ESLING C.
Journal of Applied Crystallography, Vol 33, p206-212
- 1999 **Comparison between Indirect Methods to Determine High Temperature Textures of Parent Phase**
N. Gey, M. Humbert, J. J. Funderberger
Zeitschrift für Metallkunde 90, 9, pp. 738-743
- 1999 **Restitution Conditions of the Parent Cubic Texture from the Inherited Hexagonal Texture in the $\beta \rightarrow \alpha$ Phase Transformation**
HUMBERT M., GEY N.,
Journal of Applied Crystallography, vol. 31., pp.21-26
- 1997 **Study of the $\beta \rightarrow \alpha$ Phase Transformation of a TA6V Sheet Induced from a High Temperature β State and a High Temperature $\alpha + \beta$ State**
H. Moustahfid, N. Gey, M. Humbert, M.J. Philippe
Metallurgical and Materials Transaction, vol 28A, pp. 51-61

1997 **Modelling the Transformation Texture of Ti-64 Sheets after Rolling in the β Field**

N. Gey, M. Humbert, M.J. Philippe, Y. Combres
Materials Science and Engineering A230, 68-74

1996 **Determination of a Mean Orientation from a Cloud of Orientations**

Application to EBSD Measurements

M. Humbert, N. Gey, J. Muller, C. Esling
The Journal of Applied Crystallography, 29, pp. 662-666

1996 **Investigation of the α - and β -Texture Evolution of Hot Rolled Ti-64 Products**

N. Gey, M. Humbert, M.J. Philippe, Y. Combres
Materials Science and Engineering A219, pp. 80-88

PRODUCTION SCIENTIFIQUE DANS Des ACTES de COLLOQUES

2019 :

R. PURUSHOTTAM RAJ PUROHITI, S. LHADI, **N. GEY**, O. CASTELNAU, T. RICHTON, L. GERMAIN, S. BERBENNI, Stress partitioning in a near- β Titanium alloy induced by elastic and plastic phase anisotropies: experimental and modeling. **Titanium 2019**, Proceedings, Nantes, France, June 10-14, 2019.

T. LIU, L. GERMAIN, J. TEIXEIRA, E. AEBY-GAUTIER, **N. GEY**, Criteria for fast and selective α precipitation at β grain boundaries in Ti-alloys- Consequence for in-service microstructures, **TITANIUM Conference**, Proceedings, Nantes FRANCE, juin, 2019

J. GENEÉ, S. BERBENNI, **N. GEY**, J. GUYON, F. BONNET, Modélisation et simulation numérique par méthode FFT de la localisation des contraintes internes et des densités de dislocations dans un acier composite nouvelle génération 'Fe-TiB2', **14ème colloque national en calcul des structures CSMA**, 13-17 mai 2019, Presqu'île de Giens.

2015 :

H. MANSOUR, M.A. CRIMP, **N. GEY**, N. MALOUFI, Characterization of a sub-grain boundary using Accurate Electron Channeling Contrast Imaging, **Microscopy and Microanalysis**, Vol. 21, Supplement S3 (2015) pp 601-602, Oral presentation, Presidential Scholar Award, M&M Meeting 2015, Portland, OR USA

Z. EL OMARI, H. MANSOUR, M. BEN SAADA, **N. GEY**, N. MALOUFI, A. HAZOTTE, X. ILTIS, Etude des liens entre la microstructure et les mécanismes d'endommagement par fluage du dioxyde d'uranium, Colloque STPMF 2015 : Science et Technologie des Poudres et Matériaux Frittés, 08-10/4/2015, Nancy (F), Actes dans Récents Progrès en Génie des Procédés **107** (2015)

G. CHASSAING, **N. GEY**, A.T TIDU, L. FAURE, J. MERIAUX, How the sub-surface microstructure of a Ti6Al4V tribopair evolves due to dry friction at high sliding velocity, Proceeding of **The 13th World Conference on Titanium** August 16-20, 2015 San Diego, California -CD

M. SALIB, J. TEIXEIRA, L. GERMAIN, **N. GEY**, E. AEBY-GAUTIER, Influence of precipitation at beta/beta grain boundaries, after plastic deformation, on microtexture in a beta metastable titanium alloy, Proceeding of **The 13th World Conference on Titanium**, August 16-20, 2015 San Diego, California

MR. CHINI, L. GERMAIN, **N. GEY**, S. ANDRIEU, T. DUVAL, Advanced Microtexture Analysis of a Ti10-2-3 product: for a Better Understanding of Local Variations in Mechanical Behavior, Proceeding of **The 13th World Conference on Titanium**, San Diego, Etats Unis 2015.

2011 :

N. Gey, P. Bocher, E. Uta, M. Humbert, J. Gilgert, *How texture and microtexture influence dwell fatigue lifetime in forged IMI834 Titanium alloys*, *International Conference Titanium-2011 China - Proceedings*

W. Elmay, T. Gloriant, F. Prima, B. Bolle, **N. Gey**, E. Patoor, P. Laheurte, *A thermomechanical treatment to improve superelasticity and low modulus of Ti-Nb alloys for biomedical applications*, *International Conference Titanium-2011 China - Proceedings*

C. Buirette; J Huez; **N. Gey**; E. Andrieu, G. Khelifati, *Study of microstructural factors governing damage processes in the Ti-6Al-4V Titanium alloy after Charpy tests*, *International Conference Titanium-2011 China - Proceedings*

J. Teixeira, L. Germain, E. Lamielle, **N. Gey**, E. Aeby-Gautier, B. Appolaire, *Microstructure and microtexture associated to heterogeneous precipitation of the α phase on β/β boundaries in Ti17 alloy: influence of first stages of α_{GB} formation* *International Conference Titanium-2011 China - Proceedings of the 12th World Conference on Titanium. Beijing, pp 464–467*

L. Germain, P. Blaineau, **N. Gey**, M. Humbert, *Current Approaches for Reconstructing the Parent Microtexture from that Inherited by Phase Transformation*, *International Conference ICOTOM 16 - INDE 2011, Materials Science Forum Vols. 702-703 (2012) pp 846-849*

M. Humbert, P. Blaineau, L. Germain, **N. Gey**, *Determination of the Orientation Relation from Variants Inherited by Phase Transformation*, *International Conference ICOTOM 16 - INDE 2011, Materials Science Forum Vols. 702-703 (2012) pp 862-865*

2010 :

J-C. HELL, M. DEHMAS, G. GEANDIER, **N. GEY**, S. ALLAIN, A. HAZOTTE, J.P. CHATEAU - "Influence of the austempering temperature on the microstructure and crystallography of a carbide-free bainitic steel" - *Solid-Solid Phase transformations in inorganic Materials – PTM 2010, 6-11 june 2010, Avignon (F)*.

N. Gey, P. Blaineau, L. Germain, M. Humbert, D. Barbier, A. Perlade 'Restitution of the shapes and orientations of the prior austenitic grains from inherited alpha' orientation maps in steels', *International conference of Solid-to-Solid Phase Transformation in Inorganic Materials (PTM), June 6-11 2010, Palais des Papes, Avignon, France. (Solid State Phenomena 160 (2010) 203-210)*.

J. Teixeira, L. Germain, E. Lamielle, **N. Gey**, E. Aeby-Gautier, 'Heterogeneous precipitation of the alpha phase on beta/beta grain boundaries in the beta metastable Ti17 titanium alloy: experimental study of the associated kinetics, morphology and microtexture' *Solid-Solid Phase transformations in inorganic Materials – PTM 2010, 6-11 june 2010, Avignon*

2009 :

P. BOCHER, F. BRIDIER, L. TOUBAL, N. BOUTANA, E. UTA, **N. GEY**, M. HUMBERT, *Dwell-Fatigue in Near Alpha Titanium Alloys: A Multiscale, Interdisciplinary Challenge*, July 2009, Ottawa (CA), *12th International Conference on Fatigue, 12-17 (2009)*.

P. BLAINEAU, L. GERMAIN, M. HUMBERT, **N. GEY**, *A new approach to calculate the gamma orientation maps in steels'*, *3rd International Conference on Texture and Anisotropy of Polycrystals - ITAP-3, Septembre 2009, Göttingen, Germany, in Solid State Phenomena Vol. 160, 203-210 (2010)*.

2008 :

D. BARBIER, **N. GEY**, S. ALLAIN, M. HUMBERT, *Grain size effect on the tensile behavior of a FeMnC TWIP steel in relation with the microstructure and texture evolutions*, *15th International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 15) - June 1-6, 2008, Pittsburg, Pennsylvania - Ceramic Transactions, 200 (2008) 79-86*.

E. UTA, P. BOCHER, N. GEY, M. HUMBERT, J. GILGERT, EBSD analyses of dwell fracture surface in titanium alloy IMI834, *International Conference Fatigue and Plasticity From Mechanisms to Design, SF2M, Mai (2008)* 315-322.

Avant 2007	2007 Development of sharp local alpha microtextures during alpha/beta thermo-mechanical processing of TIMETAL 834 Germain L., Vo P., Gey N., Jahazi M., Humbert M., Bocher P. 11th World Conference on Titanium, 3-7 june 2007, Kyoto (J), <i>The Japan Inst. Metals (2007)</i> pp.925-928
2007	Description and characterisation of texture heterogeneities in titanium alloy TIMETAL 834 with a bimodal microstructure Uta E., Humbert M., Gey N., Hazotte A., Bocher P., Jahazi M. 11th World Conference on Titanium, 3-7 june 2007, Kyoto (J), <i>The Japan Inst. Metals (2007)</i> pp. 259-262.
2007	Surface modification of metallic Ni (50.6 at%) Ti biomaterial by high current pulsed electron beam treatment Zhang K. M., Zou J. X., Grosdidier T., Gey N., Dong C., Hao S. Z., Yang D. Z. 2th International Symposium on Metastable and Nano Materials (ISMANAM), , July 3-7 2005, Paris, France - Published in <i>Journal of alloys and compounds</i>
2006	Mise en évidence et caractérisation des hétérogénéités de textures dans l'alliage de titane IMI 834 de microstructure bimodale à vocation aéronautique UTA E., HUMBERT M., GEY N., BOCHER P., JAHAZI M. Matériaux 2006, 13-17 novembre 2006, Dijon, France, CD-ROM
2006	Analyse des évolutions de microstructures et de textures d'un acier FeMnC à effet TWIP lors de différents trajets de chargement BARBIER D., GEY N., BOLLE B., HUMBERT M., ALLAIN S., BOUAZIZ O. Matériaux 2006, 13-17 novembre 2006, Dijon, France, CD-ROM
2006	Processing and characterization of hetero-nanostructure in bulk FeAl alloys obtained by spark plasma sintering of milled powder JI G., GROSDIDIER T., BOZZOLO N., GEY N., BERNARD F., GAFFET E., MUNIR Z., LAUNOIS S. Matériaux 2006, 13-17 novembre 2006, Dijon, France, CD-Rom
2005	beta microtexture analysis in correlation with hcp textured regions observed in a forged near alpha titanium alloy BOCHER P., JAHAZI M., GERMAIN L., WANJARA P., GEY N., HUMBERT M. 2 nd International Conference on Texture and Anisotropy of Polycrystals ITAP2, Metz (F), 7-9 July 2004, Published in <i>Solid State Phenomena</i> , Vol 105, p127-132
2005	Variant Selection in Forged Titanium Alloys: Effect of Microscopic Grain Misorientations on the Formation of Macroscopic Regions with Similar Crystallographic Orientations BOCHER P., JAHAZI M., GERMAIN L., GEY N. AND HUMBERT M. 7th International Conference on Mesomechanics 2005 Proceeding of the conference, Vol 11-7, p523-530

- 2005 **Study and Modeling of some Variant Selection in BCC to HCP phase transformation**
HUMBERT M., GEY N., GERMAIN L.
14th International Conference On Texture Of Materials – July 11-15, Belgium
Published in Materials Science Forum, Vol 495-497, p1111-1120
- 2005 **Microstructure and texture evolution of cold worked 304 stainless Steel Experimental and Modelling**
PETIT B., GEY N., HUMBERT M., BOLLE B., CHERKAOUI M.
14th International Conference On Texture Of Materials – July 11-15, Belgium
Published in Materials Science Forum, Vol 495-497, p405-410
- 2005 **beta to alpha s variant selection in sharp hcp textured regions of a bimodal IMI834 billet**
GERMAIN L., GEY N., HUMBERT M., BOCHER P., JAHAZI M.
14th International Conference On Texture Of Materials – July 11-15, Belgium
Published in Materials Science Forum, Vol 495-497, p663-668
- 2003 **Texture and microstructure analysis of an IMI 834 alloy after thermomechanical processing**
Germain L., Gey N., Humbert M., Bocher P., Jahazi M.
10th World Conference on Titanium Dusseldorf Germany
Proceeding of the conference, p1291-1298
- 2002 **Some remarks about the processing of automatic EBSD orientation measurements in view of texture determination**
Wagner F., Bozzolo N., Dewobroto N., Gey N.
13th International Conference On Texture Of Materials Séoul 26-30 août 2002
Published in Materials Science Forum, Vol 408-412, p143-148
- 2002 **Analysis of the beta to alpha variant selection in a Zr4 rod by means of specific crystal orientation maps**
Gey N., Humbert M., Gautier E., Bechade J.L.
13th International Conference On Texture Of Materials Séoul 26-30 août 2002
Published in Materials Science Forum Vol 408-4 - part 2, p1759-1764
- 2001 **Effect of cold rolling on transition texture of commercially pure titanium**
Gey N., Humbert M., Singh A.K.
4th European Mechanics of Materials Conference - Metz 2000
Published in Journal de Physique IV, Vol 11, p91-98
- 1999 **Use of a Method Based on a Correlation Function to Reconstruct the Parent Textures from the Inherited Textures in Phase Transformation**
Humbert M., Gey N.
12th International Conference on Textures of Materials, 9-13 August Canada
Proceeding of the conference Vol 1, pp. 147-152
- 1998 **Test for Checking the Variant Selection Occurring in the Texture Transformation by Phase Transformation of a Cubic Lattice to a Hexagonal Lattice. Restitution of the Parent Texture from the Inherited Hexagonal Texture**
Humbert M., Gey N.
International Conference on Texture and Anisotropy of Polycrystals - Clausthal Germany Published in Materials Science Forum, vols. 273-275

- 1996 **Study of the β - α ' Transformation Induced by Rolling in Sheets of β -Cez Alloy**
M. Humbert, D. Pionnier, N. Gey, M.J. Philippe
11th International Conference on Textures of Materials, Xi'an, China, 1996
Proceeding of the conference, Vol. 1, pp. 627-632
- 1996 **Study of α -Textures Resulting From The Deformation at High Temperature of Ti-64 Products**
N. Gey, M. Humbert, M.J. Philippe, Y. Combres
11th International Conference on Textures of Materials, Xi'an, China
Proceeding of the conference, Vol. 1 pp. 616-621
- 1995 **Determination of High Temperature β -Textures of Hot Rolled Ti-64 Products**
N. Gey, M. Humbert, M.J. Philippe, Y. Combres
8th World Conference on Titanium, Birmingham, United Kingdom, 1995
Proceeding of the conference, vol. 2555-2562

Conférences 'invitées'

L. GERMAIN et N. GEY, 'EBSD : a powerful tool for microstructure characterization', **Séminaire IJL – Avril 2021 - online**

J. GENÉE, N. GEY, S. BERBENNI, J. GUYON, F. BONNET, **TMS 149th annual meeting & exhibition, February 23-27, 2020, San Diego, USA. keynote**

L. GERMAIN, N. GEY AND M. HUMBERT 'Advanced Parent Reconstruction: An Efficient Tool to Optimize TMTs by a Better Control of the Parent and Subsequent Inherited Microtexture' - **ICOTOM, 18th International Conference on Texture of Materials, 5-10 November 2017** o St George, Utah, USA - Keynote

L. GERMAIN, N. GEY, E. BOUCARD, M. HUMBERT, S. COBO 'A review of recent developments for parent microtexture reconstruction with Merengue 2', **Material Science Engineering MSE à Darmstadt du 27septembre au 29 septembre 2016**

H. MANSOUR, J. GUYON, N. GEY, B. BEAUSIR, M.A. CRIMP, S. CHALAL, N. MALOUFI. SACP Collection on the GEMINI Type electron column for Accurate Electron Channeling Contrast Imaging, **EBSD Symposium Bordeaux, France, 2014, invited lecture**

L. GERMAIN, N. GEY, M. HUMBERT, 'Advanced orientation data analysis applied to transformation texture/microtexture studies', **Modern Bainitic Steels Workshop – Paris, La Défense – May 16th 2012**

L. GERMAIN, N. GEY, M. HUMBERT, E. UTA 'Texture and Phase Transformations in Titanium' **Conference Titane Bristol March 2011**

L. Germain, P. Blaineau, N. Gey, M. Humbert, "Calculation of high temperature parent orientation maps application to low carbon steels," presented at the Advanced methods in Electron Backscattered Diffraction, 5-6 mai, St Etienne, France, 2010.

P. Blaineau, L. Germain, N. Gey, M. Humbert, D. Barbier, A. Perlade, 'Calculation of high temperature gamma orientation maps in low carbon steels, Journées Annuelles SF2M 22-24 juin 2010, Paris - France. Conférence Invitée

L. Germain, N. Gey, E. Uta, M. Humbert, **EBSD Study of Local Texture Heterogeneities in Bimodal Titanium IMI834 - From their Formation during Manufacturing to their Influence on Dwell Fatigue Behavior, March 2008 - University of Sheffield , Electron Backscatter Diffraction Meeting.**

E. Uta, P. Bocher, N. Gey, M. Humbert, Characterisation of texture heterogeneities in Titanium alloy IMI834 Influence on cold dwell fatigue properties, 15th International Conference on Textures of Materials - June 1-6, 2008 Pittsburg, Pennsylvania, ICOTOM 15, 200 (2008) 79-86.

COMMUNICATION ORALE OU POSTER

2021

Mandal M., Teixeira J., Germain L., Denis S., **Gey N.** (2021). Advanced EBSD to study phase transformation induced microstructures in carbon and nitrogen enriched 23MnCrMo steel, Virtual EBSD 2021, 20 avril 2021, Sheffield (Royaume-Uni).

Martinez Ostormujof T., Purushottam Raj Purohit R., **Gey N.**, Salib M., Germain L. (2021). Can Convolutional Neural Networks be trained on EBSD data to classify phase transformation products in Steels? virtual EBSD 2021, 20-22 avril 2021, Sheffield (Royaume-Uni). URL: <https://www.rms.org.uk/rms-event-calendar/2021-events/ebds-2021.html>.

Purohit R. P. R., **Gey N.**, Castelnaud O., Richeton T., Germain L., Berbenni S. (2021). Elastic lattice strain evolution in a β metastable titanium alloy studied by in-situ high energy x-ray diffraction and micromechanical modelling, 14th World Congress in Computational Mechanics (WCCM) ECCOMAS Congress 2020, 11-15 janvier 2021, Paris [Online] (France).. URL: <https://www.wccm-eccomas2020.org/frontal/>.

2020

Purohit R. R., Richeton T., Germain L., Berbenni S., **Gey N.**, Castelnaud O. (2020). A Bayesian approach to quantify the single-crystal elastic constants in a polycrystalline β metastable titanium alloy, MRS BOSTON, 27 novembre-4 décembre 2020, Boston [Online] (États-Unis)

2019

M. BEN HAJ SLAMA, S. ALLAIN, G. GEANDIER, **N. GEY**, Evolution of bainite microstructures in FeNiC alloy under isothermal condition: in situ study by HEXRD synchrotron, Conférence 'La métallurgie, Quel avenir?', Nancy, 2019

J. GENEÉ, S. BERBENNI, J. GUYON, **N. GEY**, F. BONNET, Étude numérique et expérimentale des mécanismes de déformation plastique proches des interfaces matrice/renforts d'un composite à matrice ferritique renforcée par des particules céramiques de type TiB₂, La métallurgie, quel avenir? 2019, Nancy - France, 2019

J. GENÉE, **N. GEY**, S. BERBENNI, J. GUYON, F. BONNET, **1st Colloquium on Theoretical and Experimental Micro-Mechanics**, November 18-19 2019, Metz, France.

2018

S. LHADI, S. BERBENNI, **N. GEY**, T. RICHTON, L. GERMAIN, Effet de l'anisotropie élastique de la phase beta sur le comportement mécanique en traction des alliages de titane beta-métastables. Congrès Matériaux 2018, coll. C18, Strasbourg, 19-23 Novembre, 2018.

S. LHADI, S. BERBENNI, **N. GEY**, T. RICHTON, L. GERMAIN, Effect of elastic anisotropy on the fatigue behavior of near beta-titanium alloys thanks to an elastoviscoplastic self-consistent model. Fatigue 2018, Poitiers, May 26-June 1st, 2018.

J. GENEÉ, **N. GEY**, S. BERBENNI, J. GUYON, F. BONNET, Étude expérimentale et numérique des mécanismes de déformation plastique d'un composite à matrice en acier ferritique et renforts céramiques de type TiB₂. Congrès Matériaux 2018, coll. C16, Strasbourg, 19-23 Novembre, 2018.

M. BEN SAADA, **N. GEY**, B. BEAUSIR, X. ILTIS, N. MALOUFI, Influence de la répartition des pores intra-granulaires sur le comportement visco-plastique de l'UO₂, Colloque **Plasticité**, NANCY, 2018

2017

S. LHADI, S. BERBENNI, **N. GEY**, T. RICHTON, L. GERMAIN, An affine elastic-viscoplastic self-consistent model to study incompatibility stresses in near beta-Ti alloys, **ICMM5**, Rome, June 2017

M. BEN SAADA, X. ILTIS, **N. GEY**, A. MIARD, PH. GARCIA, B. BEAUSIR, N. MALOUFI, Influence of microstructure on UO₂ creep behavior: an EBSD study of grain fragmentation, **EUROMAT** 17-22 September 2017, Thessaloniki, GREECE, Oral

M. BEN-HAJ-SLAMA, **N. GEY**, L. GERMAIN, K. ZHU, S. ALLAIN, Evidence of granularization of lath-like Bainite during Isothermal Holding: how chemistry and initial microstructure impact the granularization kinetics, **EUROMAT** 17-22 September 2017, Thessaloniki, GREECE - Oral

M. BEN SAADA, **N. GEY**, A. GUITTON, B. BEAUSIR, X. ILTIS, N. MALOUFI, Multi-scale approach for analyzing sub-boundaries induced during dislocational creep of uranium dioxide. **Journées Annuelles SF2M**, 23-25 octobre 2017 - Poster

2016

E. Boucard, **N. Gey**, L. Germain, M. Ben-Haj-Slama, S. Cobo, D. Barbier, 'Deformation substructure of austenite evaluated by crystallographic reconstruction and its influence on microstructure inheritance in low carbon steels', Material Science Engineering MSE à Darmstadt du 27septembre au 29 septembre 2016 - Poster

C. Debreux, F. Danoix, T. Sourmail, S.D. Catteau, D. Gibouin, **N. Gey**, D. Blavette, 'Correlative investigation of boron segregation at prior austenite grain boundaries using atom probe tomography' Colloque « La Métallurgie, quel avenir ! », **Réseau National de la Métallurgie / SF2M** June 27th to July 1st, 2016, Saint-Étienne, France

M. Ben Saada, **N. Gey**, X. Iltis, A. Miard, Ph. Garcia, B. Beausir, N. Maloufi 'Influence of the strain rate on the grain substructure formed in UO₂ pellets by compression creep at 1500°C', Montpellier. NUMAT 2016

M. Ben Saada, **N. Gey**, N. Maloufi, H. Mansour, B. Beausir, X. Iltis 'How advanced EBSD and Accurate- ECCI can be applied to quantify sub-boundaries induced during dislocational creep of UO₂, EBSD 2016, Manchester

T. Liu, **N. Gey**, J. Teixeira, L. Germain, M. Salib, E. Aebly-Gautier, 'Selective α_{GB} phase precipitation at β/β grain boundaries in Ti-17 alloys', EBSD 2016, Manchester

2015

M. Ben Haj Slama, S. Allain, **N. Gey**, L. Germain, K. Zhu, Ultrafast Granularization of Lath-like Bainite in FeNiC Alloys During Isothermal Holding, **International Conference on Solid-Solid Phase Transformation in Inorganic Materials Canada (PTM 2015)** Extended abstract

C. Debreux, F. Danoix, D. Blavette, D. Gibouin, F. Chevalier, F. Cuvilly, T. Sourmail, **N. Gey**, Coupled EBSD, NanoSIMS and FIB techniques for Atom Probe Tomography specimen preparation, **International Conference on Solid-Solid Phase Transformation in Inorganic Materials Canada (PTM 2015)** Extended abstract

E. Boucard, **N. Gey**, M. Ben Haj Slama, L. Germain, S. Cobo, D. Barbier, Deformation substructure of austenite evaluated by crystallographic reconstruction and its influence on microstructure inheritance in low carbon steels, **International Conference on Solid-Solid Phase Transformation in Inorganic Materials Canada (PTM 2015)** Extended abstract

N. Maloufi, H. Mansour, E. Bouzy, M.A. Crimp, **N. Gey**, 'In depth study of the microstructure by HR-SACP and A-ECCI : Low subgrain boundary in IF steel and order domains in TiAl, Conference "Microscopy at the Frontiers of Science 2015" (MFS2015), 9-11 septembre 2015, Porto, Portugal

M. Ben Saada, H. Mansour, N. Maloufi, **N. Gey**, B. Beausir, X. Iltis, 'Sub-boundary characterization of crept uranium dioxide fuel pellets, by EBSD and ECCI', Toulouse, CREEP 2015

X. Iltis, M. Ben Saada, H. Mansour, **N. Gey**, A. Hazotte, N. Maloufi, *Etude des liens entre la microstructure et les mécanismes d'endommagement par fluage du dioxyde d'uranium*, Nancy STPMF 2015

Ors T., Guinebretiere R., Micha J.-S., Robach O., **Gey N.**, Humbert M., Gouraud F., Michel V., Castelnau O., *Residual Stresses and Texture in fused-cast ZrO₂ Bricks*, MECASENS, 30 Sept. - 2 Oct. 2015, Grenoble (France)

Ors T., Guinebretiere R., Micha J.-S., Robach O., **Gey N.**, Humbert M., Gouraud F., Michel V., Castelnau O., *Combining X-Rays microdiffraction, EBSD and neutrons: Internal Stresses in Polycrystalline ZrO₂ Based Materials, Size and Strain VII*, 21-24 sept. 2015, Oxford (UK)

Örs T., Guinebretiere R., Micha J.-S., Robach O., **Gey N.**, Humbert M., Gouraud F., Huger M., Michel V., Castelnau O., *Contraintes résiduelles locales au sein de briques de zircone, communication orale, Rayons X et Matière*, 01-05.12.2015, Grenoble, France.

2014

Optimized set-up for static 3D EBSD in a FIB SEM

J. Guyon, N. Gey, JC Menard, D. Goran, F. Pérez-Willard, S. Chalal
présenté aux conférences suivantes:

EBSO 2014 31 March – 1 April 2014 London, United Kingdom

2nd International Congress on 3D Materials Science 2014 June 29 – July 2, 2014 • Annecy, France- 17th

International Conference on Texture (ICOTOM), August 24-29, 2014 Dresden Allemagne

SACP Collection on the GEMINI type electron column for Accurate Electron Channeling Contrast Imaging

H. Mansour, J. Guyon, M.A. Crimp, N. Gey, B. Beausir, N. Maloufi
présenté aux conférences suivantes:

EBSO 2014 31 March – 1 April 2014 London, United Kingdom

CAZAC 2014 - groupement des utilisateurs ZEISS

17th International Conference on Texture (ICOTOM), August 24-29, 2014 Dresden Allemagne

How the initial β microstructure and texture influence the precipitation of α phase in the Ti17 titanium alloy

Matthieu Salib, Julien Teixeira, Lionel Germain, Nathalie Gey, Elisabeth Gautier

17th International Conference on Texture (ICOTOM), August 24-29, 2014 Dresden Allemagne

Evaluation of the orientation relations in deformed materials

M. Humbert, L. Germain, N. Gey

17th International Conference on Texture (ICOTOM), August 24-29, 2014 Dresden Allemagne

Progress in crystallographic reconstruction of a parent phase from its transformed product

L. Germain, M. Humbert, N. Gey, E. Boucard, D. Barbier, S. Cobo

17th International Conference on Texture (ICOTOM), August 24-29, 2014 Dresden Allemagne

High current pulsed electron beam (HCPEB) surface microstructure modifications characterized by EBSD.

Thierry GROSDIDIER, Nathalie GEY, Nathalie ALLAIN, ZOU JianXin

28th International Conference on Surface Modification Technologies

June 16th – 18th, 2014, Tampere University of Technology, Tampere, Finland

2013:

M. Salib, J. Teixeira, L. Germain, E. Gautier, N. Gey, 'Influence of the transformation temperature on the microtexture induced by alpha phase precipitation at β/β grain boundaries in a β metastable titanium alloy' EUROMAT, Sevilla 8-13 2013

E. Boucard, N. Gey, D. Barbier, L. Germain, A. Tidu, 'How the Metallurgical State of Austenite affects the quenched Microstructure/Microtexture in Low Carbon Steels', EUROMAT, Sevilla 8-13 2013

Avant 2013:

N. Gey, R. Mercier, JC Menard, F. Pérez-Willard, D. Goran

*Optimized set-up for static 3D EBSD in a FIB SEM - EBSD Conference, 26th – 28th March 2012, NPL, Teddington
- Poster*

P. Blaineau, N. Gey, L. Germain, M. Humbert

*Restitution of the parent microtexture from the inherited microtexture measured by EBSD. An application to
low alloyed steels*

EBSD Conference - 28th – 30th March 2011, Düsseldorf, Germany

C. Buirette; N. Gey; J. Huez; E. Andrieu; G. Khelifati

*Analysis of deformation mechanisms in the ti-6al-4v titanium alloy after charpy tests through the EBSD
technique*

EBSD Conference - 28th – 30th March 2011, Düsseldorf, Germany - Poster

J. Ruiz-Vargas, N. Siredey, N. Gey, P. Bocher, M. Wary, A. Hazotte

*Study of the isothermal brazing junctions of Nickel-based superalloys. Chemical quantification of Boron inside
borides - Euromat*