

# THÈSE

Pour l'obtention du titre de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Spécialité : Science des Matériaux

Présentée par :

**Haithem Mansour**

---

**Caractérisation des défauts cristallins au MEB par  
Canalisation d'Électrons assistée par diagrammes pseudo-  
Kikuchi haute résolution :  
Application à l'acier IF, UO<sub>2</sub> et TiAl**

---

Thèse soutenue publiquement le 8 décembre 2016 à Metz devant le jury composé de :

<b>Pascal Jacques</b>	Professeur, Université catholique de Louvain	Rapporteur
<b>Mohamed Kechouane</b>	Professeur, Université USTHB d'Alger	Rapporteur
<b>Nathalie Gey</b>	Chargée de recherche CNRS, Université de Lorraine	Examinatrice
<b>Xavière Iltis</b>	Ingénieur de recherche, CEA Cadarache	Examinatrice
<b>Anne Joulain</b>	Professeure, Université de Poitiers	Examinatrice
<b>Bernard Viguier</b>	Professeur, Université de Toulouse	Examinateur
<b>Nabila Maloufi</b>	Maitre de conférences HDR, Université de Lorraine	Directrice
<b>Benoit Beausir</b>	Maitre de conférences, LEM3, Université de Lorraine	Co-directeur
<b>Martin Crimp</b>	Professeur, Michigan State University	Invité

LEM3, UMR 7239 CNRS, Équipe 3TAM,  
Ile de Saulcy, 57045, Metz, France  
Université de Lorraine

**Résumé :** La technique Imagerie par Contraste de Canalisation d'Electron (ECCI) est utilisée en microscopie électronique à balayage (MEB) pour visualiser et caractériser des défauts cristallins tels que les dislocations. L'ECCI nécessite l'orientation, avec grande précision (meilleure que  $0,1^\circ$ ), du cristal à analyser par rapport au faisceau d'électrons pour satisfaire les conditions très strictes de canalisation d'électrons. À cause de la limitation en résolution spatiale et angulaire des techniques actuelles permettant de déterminer l'orientation cristallographique, la caractérisation des défauts cristallins par ECCI est actuellement appliquée à des monocristaux (ou des polycristaux possédant des gros grains) et les conditions de canalisation ne sont pas toujours satisfaites. Dans ce projet de thèse, un mode de balayage Précession de faisceau (Rocking Beam en anglais) a été développé dans un microscope électronique à balayage. Il permet l'acquisition de diagrammes pseudo-Kikuchi haute résolution spatiale (500nm) et angulaire ( $0,04^\circ$ ) (High Resolution Selected Area Channeling Pattern en anglais (HR-SACP)) et de contrôler les conditions de canalisations nécessaire à l'ECCI. Ceci a permis d'améliorer considérablement la précision de l'ECCI (Accurate ECCI A-ECCI) et d'élargir son domaine d'application aux matériaux polycristallins à grains fins. Dans un deuxième temps, l'A-ECCI assistée par HR-SACP a été utilisé pour caractériser des défauts cristallins (dislocations, sous joint de grain, domaine d'ordre) dans des matériaux massifs polycristallins (Acier IF,  $UO_2$ , TiAl). Des procédures similaires à celles utilisées dans la microscopie électronique en transmission (MET) sont alors appliquées en s'affranchissant de la préparation fastidieuse de lames minces et en profitant des autres avantages du MEB.

**Mots clés :** MEB, ECCI, diagrammes de Kikuchi, SACP, Précession du faisceau, dislocations, sous-joint de grain, domaine d'ordre, Acier IF,  $UO_2$ , TiAl

**Abstract:** Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI) is a Scanning Electron Microscope (SEM) technique used to observe and characterize crystallographic defects. ECCI requires the crystal to be oriented relative to the electron beam with high accuracy ( $0.1^\circ$ ) in order to control the electron channeling conditions. The SEM techniques used to determine the crystallographic orientation, such as conventional Electron BackScattered Diffraction (EBSD) or Rocking Beam, don't satisfy the high accuracy required for ECCI. Therefore, the characterization of crystallographic defects by ECCI is used only in single crystals or polycrystals with large grains and channeling conditions are not always satisfied. In this thesis, a development of a new Rocking Beam mode in SEM is presented. It allows the collection of High spatial (500nm) and angular ( $0.04^\circ$ ) Resolution Selected Area Channeling Pattern (HR-SACP) and the control of channeling conditions required for ECCI with high accuracy (Accurate ECCI A-ECCI). In a second phase of this thesis, A-ECCI assisted by HR-SACP is used to characterize crystallographic defects like dislocation, sub-grains and order domains in fine grained bulk materials (IF-Steel,  $UO_2$ , TiAl). In order to achieve this, several procedures (invisibility criteria) normally used in Transmission Electron Microscopy are applied. Using A-ECCI in SEM has many advantages over TEM such as the possibility of analyzing large areas and the relative easiness in sample preparation.

**Keywords:** SEM, ECCI, Kikuchi patterns, SACP, Rocking Beam, dislocations, sub-grain boundaries, order domains, IF steel,  $UO_2$ , TiAl