

Caractérisation 3D de la microstructure d'absorption et cristalline dans les matériaux polycristallins par tomographie en contraste de diffraction

Wolfgang Ludwig^{a,c,1}, Andrew King^b, Greg Johnson^b,
Marcelo Gonzalves-Hoennicke^c, Peter Reischig^c, J.Y. Buffière^a, H.F. Poulsen^d

^a Laboratoire MATEIS, UMR5510 CNRS, INSA-Lyon, 25 av. Jean Capelle, 69621 Villeurbanne, France

^b University of Manchester, UK

^c European Synchrotron Radiation Facility, BP 220, 38043 Grenoble, Cedex

^d Centre for fundamental research "Metal structures in 4D", Risoe National Laboratory, Roskilde, Denmark

Résumé - La microtomographie par contraste de diffraction (DCT) [1,2] est une nouvelle technique d'imagerie synchrotron permettant de visualiser *simultanément* la microstructure d'absorption et la microstructure cristalline d'un matériau polycristallin. Réunissant les principes de la microtomographie en contraste d'absorption et de la microscopie tridimensionnelle par diffraction X (3DXRD) [3], cette nouvelle technique permet d'étudier des phénomènes dynamiques au sein des matériaux opaques. Les possibilités et les limites de cette approche seront discutées et, comme exemple d'application, les premiers résultats d'une étude récente, portant sur la corrosion sous contrainte dans un acier inoxydable seront présentés.

Introduction

La caractérisation d'un matériau polycristallin en terme de forme tridimensionnelle et orientation cristallographique de grains est un enjeu majeur en caractérisation non destructive. Actuellement deux approches existent: (i) la microscopie tridimensionnelle par diffraction X (3DXRD) [1], une technique de rotation, basé sur un faisceau monochromatique et (ii) une technique de balayage 3D appelée " 3D crystal microscope" [2], basée sur la diffraction Laue en faisceau blanc. Si la première technique permet d'effectuer des mesures (forme 3D, orientation, contrainte moyenne par grain) in-situ d'un volume millimétrique avec une résolution spatiale de l'ordre de 5-10 μm , la deuxième permet de caractériser (forme 3D, orientation, contrainte locale) un volume réduit (quelque dizaines de μm) avec une résolution spatiale de l'ordre de 1 μm . Cependant, aucune de ces deux techniques permet de visualiser la microstructure visible en contraste d'absorption. Cette dernière information peut être fournie par une mesure complémentaire en microtomographie X [3].

Nous avons récemment développé une nouvelle technique d'imagerie X, basée à la fois sur la diffraction et sur l'imagerie en absorption, réunissant ainsi les principes de 3DXRD et de la microtomographie. Cette technique, appelée tomographie par contraste de diffraction (DCT) [3,4], s'applique à des matériaux mono ou multiphasés, contenant des grains avec une mosaïcité cristalline inférieure à quelques dixièmes de degrés. Moyennant un seul scan tomographique, elle fournit, de manière non destructive, l'image tridimensionnelle de la microstructure complète en terme de absorption (différentes phases, défauts etc), de l'orientation et de la forme tridimensionnelle des grains.

Principe

Lors d'un scan tomographique, les grains cristallographiques vont de temps en temps, au cours de la rotation, remplir la condition de Bragg pour différentes réflexions. Pour chacun de ces événements, on peut accéder à deux types de clichés, 1) une tache de diffraction, correspondant à une projection sous un angle oblique, et 2) une tache d'extinction (intensité manquante) dans le faisceau transmis (Fig 1).

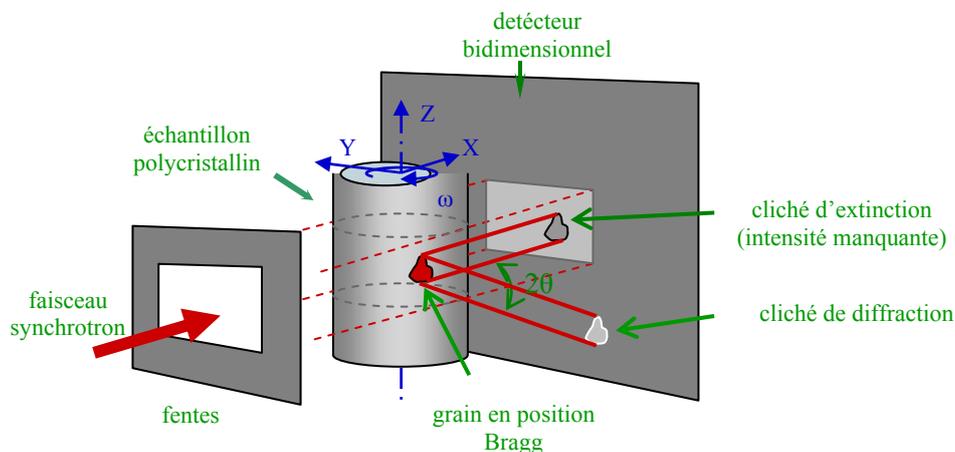


Figure 1 – Principe de la tomographie en contraste de diffraction

¹ Auteur à contacter : wolfgang.ludwig@insa-lyon.fr – Tel : 04 76 88 29 73

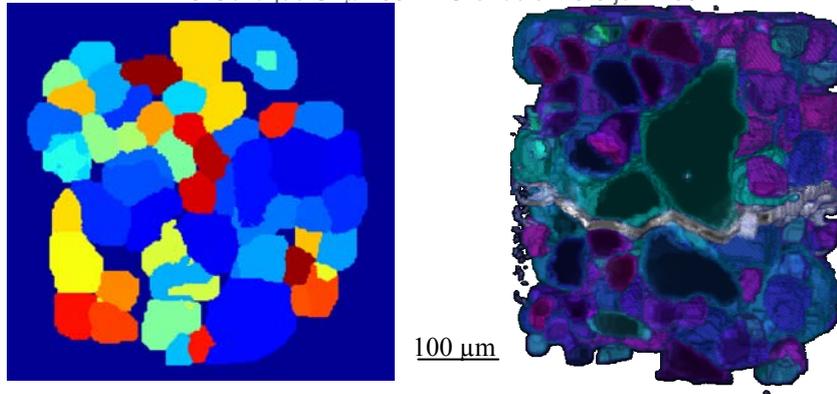


Figure 2 –a) Coupe montrant la microstructure cristalline reconstruite par DCT dans un échantillon d'acier inoxydable
b) rendu 3D de la microstructure cristalline (DCT) et de la fissure produite par corrosion sous contrainte dans le même échantillon (gris, microtomographie en contraste de phase)

Une procédure automatique de traitement d'image permet d'isoler les taches de diffraction et d'extraire des paramètres tels que la position, forme et intensité de toutes les taches enregistrées au cours d'un scan tomographique (plusieurs dizaines de milliers de taches). Après avoir fait l'appariement avec les clichés d'extinction conjugués, les taches doivent être triées selon leur grain d'origine. Dans le cas des métaux à structure cubique à faces centrées, on arrive typiquement à identifier quelque dizaines de réflexions par grain. La connaissance des angles de diffraction, permet d'identifier l'orientation cristallographique de chaque grain. Ensuite, la forme tridimensionnelle des grains est reconstruite en utilisant des algorithmes de reconstruction algébriques (ART), bien adaptés au cas d'un nombre de projections réduit. Cette procédure est répétée pour chaque grain indépendamment. En associant une couleur à chaque grain en fonction de son orientation, on arrive ainsi à une représentation tridimensionnelle de l'agglomérat polycristallin (Fig 2b). Comme on acquiert en même temps l'information nécessaire pour reconstruire la microstructure d'absorption, on peut aisément combiner les deux représentations: cristallographie et absorption.

Limitations et Applications

La facilité à segmenter et appairer les taches d'extinction décroît fortement si la mosaïcité cristalline augmente ou si la taille de grains devient trop petite et/ou le nombre de grains trop important. Il n'est donc actuellement pas possible de caractériser des alliages industriels qui ont subi un traitement thermomécanique conduisant à une déformation plastique ou à une taille de grains trop petite par rapport à la résolution du dispositif (donner un ordre de grandeur ?).

Comme exemple d'application nous présentons les premiers résultats d'une étude portant sur la corrosion sous contrainte dans un acier inoxydable (Fig2). L'expérience se décompose en deux étapes: (i) la caractérisation de la microstructure par DCT dans l'état initial et (ii) le suivi *in-situ* de la corrosion sous contrainte dans un dispositif spécial, par microtomographie en contraste de phase. L'analyse de ces deux jeux de données complémentaires (DCT et microtomographie) permet de classifier les joints de grains suivis par la fissure en fonction de leur caractère (faible désorientation, CSL, Sigma) et de confronter les observations expérimentales aux modèles existants.

Conclusion

La tomographie en contraste de diffraction permet de caractériser simultanément la microstructure visible par tomographie en contraste d'absorption et la microstructure cristalline (forme et orientation des grains) d'un matériau polycristallin. La méthode s'applique à des polycristaux avec une taille de grains supérieure à 20 μm et avec une faible mosaïcité cristalline ($< 0.5^\circ$), tel qu'on peut en trouver dans les microstructures de recristallisation ou de solidification. La possibilité d'associer des observations *in-situ* par microtomographie ouvre de nombreuses possibilités en terme de caractérisation non destructive et analyse quantitative de phénomènes tel que la corrosion sous contrainte et la propagation des fissures de fatigue.

1. Références

- [1] H.F. Poulsen, *3D X-ray diffraction microscopy*, Springer tracts in modern Physics (2004)
- [2] G.E. Ice, B.C. Larson, W. Yang, J.D. Budai, J.Z. Tischler, J.W.L. Pang, R.I. Barabash, W. Liu, *Polychromatic X-ray microdiffraction studies of mesoscale structure and dynamics*, J.Synchr, Rad., **12**, (2005), 155-162.
- [3] W. Ludwig, S. Schmidt, E.M. Lauridsen, H.F. Poulsen, *Diffraction contrast tomography: a novel technique for 3D grain mapping in polycrystals. Part I: direct beam case*, J. Appl. Cryst., submitted
- [4] G. Johnson, A. King, M. Gonzalves-Hoennicke, W. Ludwig, *Diffraction contrast tomography: a novel technique for 3D grain mapping in polycrystals. Part II: the combined case*, J. Appl. Cryst., submitted