

Avis de Soutenance

Jean-baptiste MARIJON

Soutiendra publiquement ses travaux de thèse intitulés :

Caractérisation 3D de la microstructure et des déformations élastiques des polycristaux par microdiffractiodiffraction Xn Laue

dirigés par Monsieur Olivier CASTELNAU

Soutenance prévue le **mardi 11 juillet 2017** à 13h30

Lieu : 151, boulevard de l'Hôpital

75013 Paris

Amphi BEZIER

Composition du jury proposé

Herve PALANCHER, Ingénieur de recherche, CEA, Rapporteur

Thomas CORNELIUS, Chargé de recherche, CNRS, Rapporteur

Philippe GOUDEAU, Directeur de recherche, CNRS, Examineur

Benoit DEVINCRE, Directeur de recherche, CNRS, Examineur

Odile ROBACH Ingénieur de recherche CEA Examineur (Encadrant)

Olivier CASTELNAU Directeur de recherche, CNRS, Examineur (Directeur de thèse)

Jean-Sebastien MICHA, Ingénieur de recherche, CNRS, Invité (Encadrant)

CARACTERISATION 3D DE LA MICROSTRUCTURE ET DES DEFORMATIONS ELASTIQUES DES POLYCRISTAUX PAR MICRODIFFRACTION LAUE

RESUME : La caractérisation des contraintes internes présentes dans les matériaux de structure ou fonctionnels est primordiale pour une optimisation de leurs propriétés et de leur tenue en service. Ce travail de thèse est une contribution au développement d'une technique de microscopie par diffraction des rayons X, appelée "Differential Aperture X-ray Microscopy" (DAXM), permettant la caractérisation 3D et non-destructive de la microstructure de matériaux cristallins et des contraintes internes. Cette technique est basée sur l'utilisation du rayonnement synchrotron; nous avons utilisé la ligne CRG BM32 du synchrotron européen ESRF. Le faisceau de rayons incident, polychromatique et fortement focalisé, pénètre dans l'échantillon, et l'image de diffraction collectée est une superposition des diagrammes de Laue de tous les cristaux situés sur le trajet du faisceau incident. La DAXM utilise, en supplément de la microdiffraction Laue "classique", un masque mobile qui absorbe une partie des faisceaux diffractés. L'analyse de l'évolution des niveaux de gris des pixels de l'image en fonction de la position du masque permet non seulement de reconstruire la microstructure du matériau en profondeur mais aussi d'accéder à la distribution 3D des déformations élastiques (et des contraintes associées). L'un des avantages de la DAXM est sa résolution spatiale, de l'ordre du micromètre, qui permet d'envisager l'analyse des concentrations de contraintes dans les matériaux polycristallins, dans le cadre des approches micromécaniques expérimentales. Le travail mené dans cette thèse avait pour but d'améliorer le dispositif expérimental existant, de mettre en place la formulation théorique du problème, et de développer les outils numériques permettant le traitement des données.

Du point de vue expérimental, nous avons notamment développé une machine d'essai mécanique in-situ (flexion 4-points) adaptée à la ligne BM32, et nous proposons un masque multi-fil pour réduire significativement la durée de l'acquisition des données.

Nous avons établi les équations géométriques du problème. On montre ainsi que la reconstruction 3D nécessite une procédure de dérivation des niveaux de gris; nous nous sommes limités ici à une dérivation par différence finie d'ordre 1, qui reste sensible au bruit d'image. Ces équations font apparaître la nécessité de déterminer la géométrie du montage avec grande précision. On propose pour cela l'utilisation de la fluorescence de l'échantillon, couplée à une description simplifiée de l'atténuation du faisceau par l'échantillon ne prenant en compte qu'un coefficient d'absorption unique. Le modèle de calibration est testé sur plusieurs matériaux, avec de très bons résultats.

La capacité de la DAXM à reconstruire une microstructure est testée sur des échantillons modèles pour lesquels la géométrie 3D de la microstructure est parfaitement connue : empilement de fils de GaN sur un substrat, et plan de macles dans un polycristal d'acier inoxydable. On montre que la résolution de la DAXM est variable d'un pixel à l'autre du détecteur; la microstructure peut cependant être reconstruite avec une précision de l'ordre du micromètre.

La DAXM est ensuite testée sur un échantillon d'UO₂ implanté d'ions Kr, créant une couche de surface d'épaisseur micrométrique fortement déformée (collaboration CEA-Cadarache). On constate que la méthode de reconstruction proposée est affectée par la transmission variable des faisceaux diffractés dans le masque. Nous mettons en place une formulation permettant de prendre en compte cet effet.

Mots clés : microdiffraction Laue, plasticité, polycristaux, rayonnement synchrotron, microstructure

3D CHARACTERIZATION OF MICROSTRUCTURE AND ELASTIC STRAIN IN POLYCRYSTALS BY LAUE MICRODIFFRACTION

ABSTRACT: The characterization of the internal stresses present in structural or functional materials is essential for an optimization of their properties and their durability in service. This thesis work is a contribution to the development of the so-called "Differential Aperture X-ray Microscopy" (DAXM) technique, allowing 3D and non-destructive characterization of the microstructure of crystalline materials and internal stresses. This technique makes use of synchrotron radiation; we used the beamline CRG BM32 of the European synchrotron ESRF. The polychromatic and highly focused incident beam penetrates the sample, and the collected diffraction image is a superimposition of the Laue diagrams of all the crystals located along the path of the incident beam. The DAXM uses, in addition to the "conventional" Laue microdiffraction technique, a moving mask that absorbs part of the diffracted beams. The analysis of the evolution of the gray levels of the image pixels as a function of the position of the mask makes it possible not only to reconstruct the microstructure of the material at depth but also to access the 3D distribution of the elastic deformations (and associated stress). One of the advantages of the DAXM is its spatial resolution, of the order of a micrometer, which makes it possible to envisage the analysis of stress concentrations in polycrystalline materials, within the framework of experimental micromechanical approaches.

The work carried out in this thesis was aimed at improving the existing experimental system, to put in place the theoretical formulation of the problem, and to develop the numerical tools allowing the processing of the data.

From an experimental point of view, we have developed an in-situ mechanical test device (4-point bending) adapted to BM32, and we propose a multi-wire mask to significantly reduce the data acquisition time. We have established the geometric equations of the problem. It is thus shown that the 3D reconstruction requires a gray scale derivation procedure. This work is limited to the use of

a finite difference derivation method of order 1, which remains sensitive to image noise. These equations show the need to determine the geometry of the setup with great precision. For this purpose, the use of the fluorescence of the sample is proposed, coupled with a simplified description of the beam attenuation by the sample taking into account only a single absorption coefficient. The calibration model is tested on several materials, with very good results. The capacity of the DAXM to reconstruct a microstructure is tested on model samples for which the 3D geometry of the microstructure is perfectly known: a stack of GaN wires on a substrate, and a twin plane in a stainless steel polycrystal. It is shown that the resolution of the DAXM is variable from one pixel to the other of the detector; the microstructure can however be reconstructed with an accuracy of the order of one micrometer. The DAXM is then tested on a sample of UO₂ implanted by Kr ions, creating a highly deformed surface layer with micrometric thickness (collaboration with CEA-Cadarache). It is found that the proposed reconstruction method is affected by the variable transmission of the diffracted beams in the mask. We propose a formulation that takes this effect into account.

Keywords : Laue microdiffraction, plasticity, polycrystals, synchrotron radiation, microstructure