



Caractérisation microstructurale des matériaux : analyse par les rayonnements X et électronique

Claude Esnouf

Esnouf, Claude

Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne (Suisse)

Metis LyonTech

ISBN: 978-2-88074-884-5

Table des Matières

Caractérisation microstructurale des matériaux

Analyse par les rayonnements X et électronique

Claude Esnouf

Presses polytechniques et universitaires romandes

Avant-propos	vii
Introduction	1
Chapitre 1 Éléments de cristallographie	
1.1 Réseau de translation	7
1.1.1 Définitions	7
1.1.2 Classifications des cristallographes	10
1.1.3 Symétries de réseau et de groupe ponctuel	12
1.1.4 Opérations de symétrie de réseau	14
1.1.5 Réseaux cristallographiques	17
1.2 Groupes ponctuels ou classes cristallines	28
1.2.1 Construction des groupes ponctuels - Quelques exemples	28
1.2.2 Les 32 groupes ponctuels	33
1.3 Groupes d'espace tridimensionnels	39
1.3.1 Position du problème	39
1.3.2 Les opérateurs de symétrie microscopique	40
1.3.3 Construction des groupes spatiaux	47
1.3.4 Lecture des Tables Internationales de Cristallographie	50
1.4 Indexation et représentation des plans réticulaires	57
1.4.1 Indices de Miller	57
1.4.2 Espace et réseau réciproques	62
1.4.3 Projection stéréographique	67
1.5 Bibliographie	73
Chapitre 2 Diffraction par les cristaux	
2.1 Diffusion atomique et diffraction par un cristal	75
2.1.1 Origine de la diffusion	75
2.1.2 Diffraction par un cristal	76
2.2 Conditions de diffraction	77
2.2.1 Conditions de Laue	77
2.2.2 Conditions de Bragg	79
2.2.3 Conditions d' Ewald	81

2.3Amplitude diffractée	81
2.3.1Définitions	81
2.3.2Facteur de structure	83
2.3.3Facteur de forme	89
2.3.4Intensité diffractée - Loi de Friedel	94
2.3.5Transformée de Fourier de l'intensité - Fonction de Patterson	95
2.4Bibliographie	96
Chapitre3RadiocristallographieX	
3.1Principaux rayonnements	99
3.1.1Longueur d'onde associée	99
3.1.2Notions de base de l'interaction rayonnement-matière	100
3.2RadiocristallographieX	102
3.2.1Production des rayonsX	102
3.2.2Détection des rayonsX	114
3.2.3Optique pour rayonsX	118
3.2.4Filtrage par absorption sélective	123
3.2.5Unités utilisées en radioprotection	125
3.2.6Base physique de la diffusion cohérente des rayonsX	126
3.2.7Diffusion incohérente	132
3.2.8Diffusion anormale	133
3.2.9Installations pour la radiocristallographieX	135
3.3Méthodes expérimentales d'étude des cristaux par les rayonsX	142
3.3.1Position du problème	142
3.3.2Méthode des poudres	144
3.3.3Méthode du \sin^2 (...) pour la mesure des contraintes	153
3.3.4Méthode du cristal tournant	156
3.3.5Méthode des Laue	159
3.3.6Cas des textures	163
3.3.7Méthode par diffraction rasante (GIXRD et GISAXS)	165
3.3.8Réflectométrie	172
3.3.9Diffusion centrale (ou SAXS)	174
3.3.10Détermination structurale de structures complexes - Méthode directe dite de l'atome lourd	186
3.4Techniques d'étude des matériaux par imagerieX	189
3.4.1Radioscopie et tomographieX	189
3.4.2TopographieX	193
3.4.3MicroscopieX	196
3.4.4PtychographieX	199
3.5Bibliographie	201
Chapitre4Diffraction par les rayonnements corpusculaires	
4.1Diffusion électronique et neutronique	204
4.1.1Facteurs de diffusion	204
4.1.2Caractéristiques particulières	209

4.2	Diffraction électronique	213
4.2.1	Principe de la méthode	213
4.2.2	Mode opératoire de la diffraction électronique	216
4.2.3	Phénomène de double diffraction	218
4.2.4	Exploitation du phénomène de diffusion inélastique - Lignes de Kikuchi	219
4.3	Méthodes expérimentales d'étude des cristaux par diffraction électronique	221
4.3.1	Diffraction conventionnelle	221
4.3.2	Diffraction en faisceau convergent	223
4.3.3	Diffraction par précession	229
4.4	Déterminations permises par la diffraction électronique	230
4.4.1	Identification d'une substance	230
4.4.2	Orientation d'un cristal	231
4.4.3	Déterminations structurales	232
4.4.4	Mesure de l'épaisseur d'un objet	235
4.4.5	Analyse des défauts par LACBED	236
4.5	Exemples illustratifs	237
4.5.1	Dépôts nanocristallins	237
4.5.2	Fine précipitation de CrN dans un alliage Fe-3%Cr	238
4.5.3	Relations cristallographiques entre grains (cas du dépôt Nb/Cu)	239
4.5.4	Détermination des symétries cristallines d'un composé non répertorié	239
4.6	Bibliographie	242
Chapitre 5 Imagerie électronique		
5.1	Présentation générale des imageries électroniques	243
5.1.1	Pourquoi l'imagerie électronique?	243
5.1.2	Optique électronique (rudiments)	244
5.1.3	Pouvoir séparateur théorique	247
5.1.4	Différents types d'imagerie électronique	248
5.1.5	Différents modes d'imagerie électronique	251
5.2	Production du faisceau - Le canon à électrons	261
5.2.1	Filament et pointe émettrice	262
5.2.2	Emission électronique	262
5.2.3	Canon à électrons	264
5.2.4	Brillance des sources	266
5.2.5	Dispersion énergétique du faisceau - Coefficient d'aberration chromatique	267
5.3	Imagerie électronique à balayage	268
5.3.1	Constitution du microscope	268
5.3.2	Taille de sonde - Résolution intrinsèque	270
5.3.3	Profondeur de champ	271
5.3.4	Distance de travail	272
5.3.5	Résolution selon les différents modes	272

5.3.6 Modes de travail - Contraste des images	273
5.4 Imagerie électronique en transmission	291
5.4.1 Constitution du microscope	291
5.4.2 Observation des matériaux en imagerie conventionnelle (METC/CTEM)	293
5.4.3 Théories du contraste des images en METC	304
5.4.4 Exemples illustratifs en METC	318
5.4.5 Contraste des images en imagerie de haute résolution (METHR)	325
5.4.6 Fonction de transfert	331
5.4.7 Exemples illustratifs en METHR	345
5.4.8 Microscopie par contraste de Fresnel	350
5.4.9 Microscopie de Lorentz - Observation des domaines magnétiques	351
5.4.10 Holographie électronique	354
5.4.11 Imagerie en champ sombre annulaire (ADF-HAADF)	359
5.4.12 Tomographie électronique	364
5.4.13 Préparation des objets	366
5.5 Bibliographie	375
Chapitre 6 Spectroscopies X et électronique	
6.1 Généralités	379
6.2 Spectroscopie X	382
6.2.1 Spectroscopie EDS (ou EDX)	382
6.2.2 Spectroscopie WDS (ou WDX)	395
6.2.3 Fluorescence X	398
6.2.4 Spectroscopie X induite par irradiation de particules (PIXE)	399
6.3 Spectroscopie d'émission	400
6.3.1 Spectroscopie de photoémission (XPS ou ESCA)	400
6.3.2 Spectroscopie Auger	407
6.4 Spectroscopie d'absorption (XAS)	410
6.4.1 Introduction	410
6.4.2 Spectroscopie d'absorption X	412
6.4.3 Spectroscopie de pertes d'énergie des électrons (EELS)	418
6.4.4 Comparaison XAS et EELS	436
6.5 Bibliographie	438
Annexe A Réseaux et groupes à deux dimensions	441
Annexe B Transformée de Fourier, produit de convolution et fonction de Patterson	443
B.1 Propriétés	443
B.2 Exemples de transformées	444
B.3 Produit de convolution	444
B.4 Fonction de Patterson	445
Annexe C Coefficient de Debye-Waller	447
Annexe D Rappels sur la structure électronique d'un atome	449
Annexe E Optique diffractive: réseaux zonés et lentille de Fresnel	451

AnnexeF	Facteur de forme et géométrie du cristal	455
AnnexeG	Relation facteur de diffusion électronique et potentiel	459
AnnexeH	Facteur de diffusion électronique dans le modèle de Wentzel-Yukawa	461
AnnexeI	Correcteurs d'aberrations	463
AnnexeJ	Compléments à l'imagerie de haute résolution	465
J.1	Déphasage résultant d'une aberration	465
J.2	Fonction de transfert et défocalisation de Scherzer	467
J.3	Cohérence spatiale partielle	468
J.4	Cohérence temporelle partielle	469
J.5	Fonction de transfert d'un microscope réel	469
J.6	Transformée de Fourier d'un potentiel sinusoïdal en sortie de l'objet	470
J.7	Approche générale de la construction de l'image	472
J.8	Transformée de Fourier de l'image	473
AnnexeK	Règle d'or de fermi et sections efficaces de pertes	475
K.1	Probabilité de transition	475
K.2	Excitation électronique	476
K.3	Excitation photonique	478
K.4	Comparaison de deux modes d'excitation	478
Exercices et leurs solutions		
Ex.1	Structures cristallines simples	
ex.		481
sol.		525
Ex.2	Sites dans les structures simples	
ex.		483
sol.		527
Ex.3	Réseaux à deux dimensions	
ex.		485
sol.		528
Ex.4	Modèle cristallographique de la Wurtzite ZnS	
ex.		488
sol.		530
Ex.5	Opérateurs de symétrie	
ex.		489
sol.		532
Ex.6	Changement de base	
ex.		490
sol.		535
Ex.7	Réseau réciproque	
ex.		492
sol.		537
Ex.8	Cristaux R	
ex.		493

sol.	539
Ex.9Projection stéréographique d'un cristal quadratique	
ex.	494
sol.	540
Ex.10Facteur de structure	
ex.	495
sol.	542
Ex.11Détermination structurale de Al_3BC par diffractionX	
ex.	495
sol.	543
Ex.12Orientation d'un monocristal de silicium	
ex.	500
sol.	546
Ex.13Diffusion à force centrale	
ex.	504
sol.	548
Ex.14Diffraction électronique du cobalt dans le cermet WC-Co	
ex.	506
sol.	550
Ex.15Zones de Laue de l'or	
ex.	509
sol.	552
Ex.16Imagerie de haute résolution de l'alliage Fe-Al	
ex.	510
sol.	554
Ex.17Analyse EDX du chrysotile	
ex.	512
sol.	556
Ex.18Analyse XPS du chrysotile	
ex.	516
sol.	558
Ex.19Analyse Auger d'un verre et des oxydes de cuivre	
ex.	520
sol.	559
Liste des symboles	563
Liste des acronymes	569
Définitions et valeurs de quelques grandeurs physiques	573
Index	575