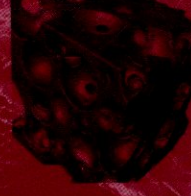
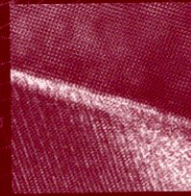
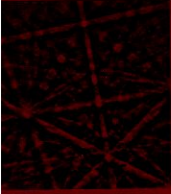
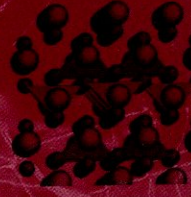
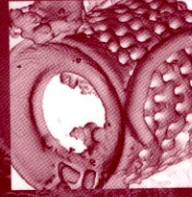
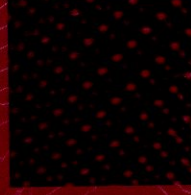
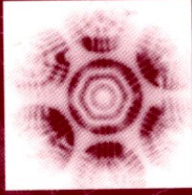
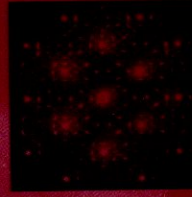
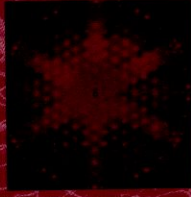
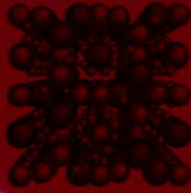


METIS LyonTech

CLAUDE ESNOUF



CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE DES MATÉRIAUX

Analyse par les rayonnements X
et électronique

PRESSES POLYTECHNIQUES ET UNIVERSITAIRES ROMANDES

TABLE DES MATIÈRES

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

2.3	Amplitude diffractée	81
2.3.1	Définitions	81
2.3.2	Facteur de structure.....	83
2.3.3	Facteur de forme.....	89
2.3.4	Intensité diffractée - Loi de FRIEDEL.....	94
2.3.5	Transformée de FOURIER de l'intensité – Fonction de PATTERSON	95
2.4	Bibliographie.....	96

CHAPITRE 3 RADIOCRISTALLOGRAPHIE X

3.1	Principaux rayonnements.....	99
3.1.1	Longueur d'onde associée	99
3.1.2	Notions de base de l'interaction rayonnement-matière	100
3.2	Radiocristallographie X	102
3.2.1	Production des rayons X.....	102
3.2.2	Détection des rayons X.....	114
3.2.3	Optique pour rayons X.....	118
3.2.4	Filtrage par absorption sélective.....	123
3.2.5	Unités utilisées en radioprotection.....	125
3.2.6	Base physique de la diffusion cohérente des rayons X	126
3.2.7	Diffusion incohérente	132
3.2.8	Diffusion anormale	133
3.2.9	Installations pour la radiocristallographie X.....	135
3.3	Méthodes expérimentales d'étude des cristaux par les rayons X.....	142
3.3.1	Position du problème	142
3.3.2	Méthode des poudres	144
3.3.3	Méthode du $\sin^2\Psi$ pour la mesure des contraintes	153
3.3.4	Méthode du cristal tournant.....	156
3.3.5	Méthode des LAUE.....	159
3.3.6	Cas des textures	163
3.3.7	Méthode par diffraction rasante (GIXRD et GISAXS)	165
3.3.8	Réflectométrie.....	172
3.3.9	Diffusion centrale (ou SAXS)	174
3.3.10	Détermination structurale de structures complexes – Méthode directe dite de l'atome lourd.....	186
3.4	Techniques d'étude des matériaux par imagerie X.....	189
3.4.1	Radioscopie et tomographie X.....	189
3.4.2	Topographie X.....	193
3.4.3	Microscopie X	196
3.4.4	Ptychographie X	199
3.5	Bibliographie.....	201

CHAPITRE 4 DIFFRACTION PAR LES RAYONNEMENTS CORPUSCULAIRES

4.1	Diffusion électronique et neutronique.....	204
4.1.1	Facteurs de diffusion.....	204
4.1.2	Caractéristiques 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
ANNEXE F	FACTEUR DE FORME ET GÉOMÉTRIE DU CRISTAL.....	455
ANNEXE G	RELATION FACTEUR DE DIFFUSION ÉLECTRONIQUE ET POTENTIEL.....	459
ANNEXE H	FACTEUR DE DIFFUSION ÉLECTRONIQUE DANS LE MODÈLE DE WENTZEL-YUKAWA.....	461
ANNEXE I	CORRECTEURS D'ABERRATIONS.....	463
ANNEXE J	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

ANNEXE K	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.	sol.
EX. 1 Structures cristallines simples	481	525
EX. 2 Sites dans les structures simples	483	527
EX. 3 Réseaux à deux dimensions	485	528
EX. 4 Modèle cristallographique de la Wurtzite ZnS	488	530
EX. 5 Opérateurs de symétrie.....	489	532
EX. 6 Changement de base.....	490	535
EX. 7 Réseau réciproque	492	537
EX. 8 Cristaux R	493	539
EX. 9 Projection stéréographique d'un cristal quadratique.....	494	540
EX. 10 Facteur de structure.....	495	542
EX. 11 Détermination structurale de Al_3BC par diffraction X	495	543
EX. 12 Orientation d'un monocristal de silicium.....	500	546
EX. 13 Diffusion à force centrale.....	504	548
EX. 14 Diffraction électronique du cobalt dans le cermet WC-Co.....	506	550
EX. 15 Zones de LAUE de l'or.....	509	552
EX. 16 Imagerie de haute résolution de l'alliage Fe-Al.....	510	554
EX. 17 Analyse EDX du chrysotile.....	512	556
EX. 18 Analyse XPS du chrysotile	516	558
EX. 19 Analyse AUGER d'un verre et des oxydes de cuivre	520	559

LISTE DES SYMBOLES	563
--------------------------	-----

LISTE DES ACRONYMES.....	569
--------------------------	-----

DÉFINITIONS ET VALEURS DE QUELQUES GRANDEURS PHYSIQUES	573
---	-----

INDEX.....	575
------------	-----