

Influence de la microstructure de dislocations sur l'élargissement de profils de diffraction des rayons X monochromatiques

Ghiath Monnet

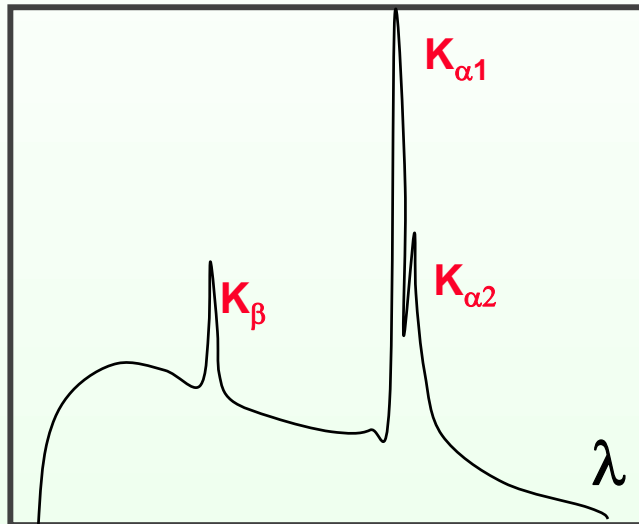
EDF - R&D, MMC, Moret-sur-Loing, France

Plan de l'exposé

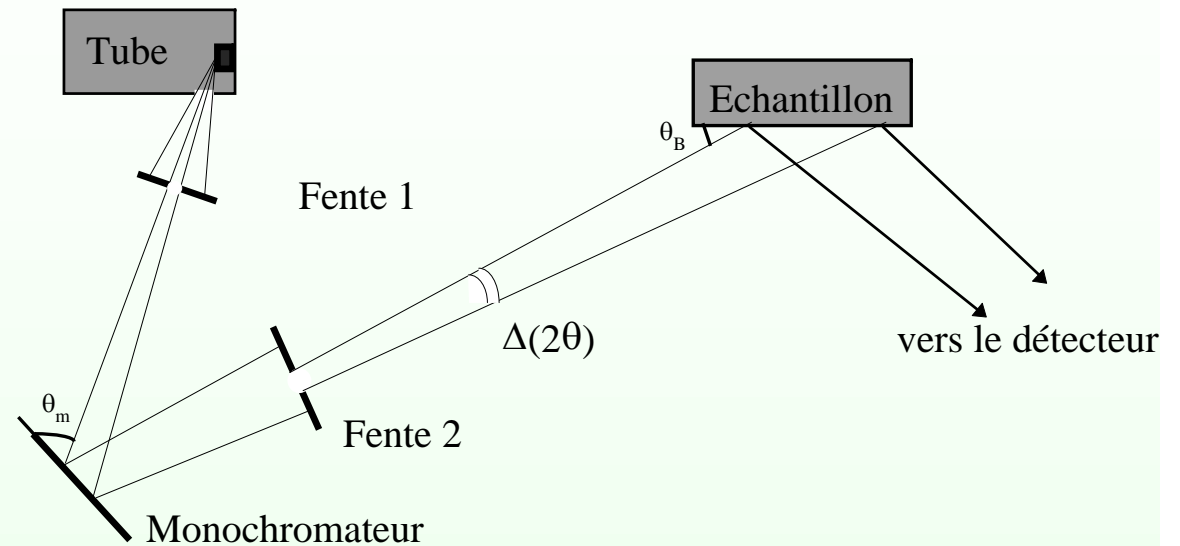
- Diffraction à haute résolution
- Modèles d'élargissement
- Ecrouissage des cristaux de cuivre laminés
- Mesures à haute résolution au Synchrotron (ID15-A)

Diffraction à haute résolution au laboratoire

Spectre d'émission de tube



Garder $K_{\alpha 1}$



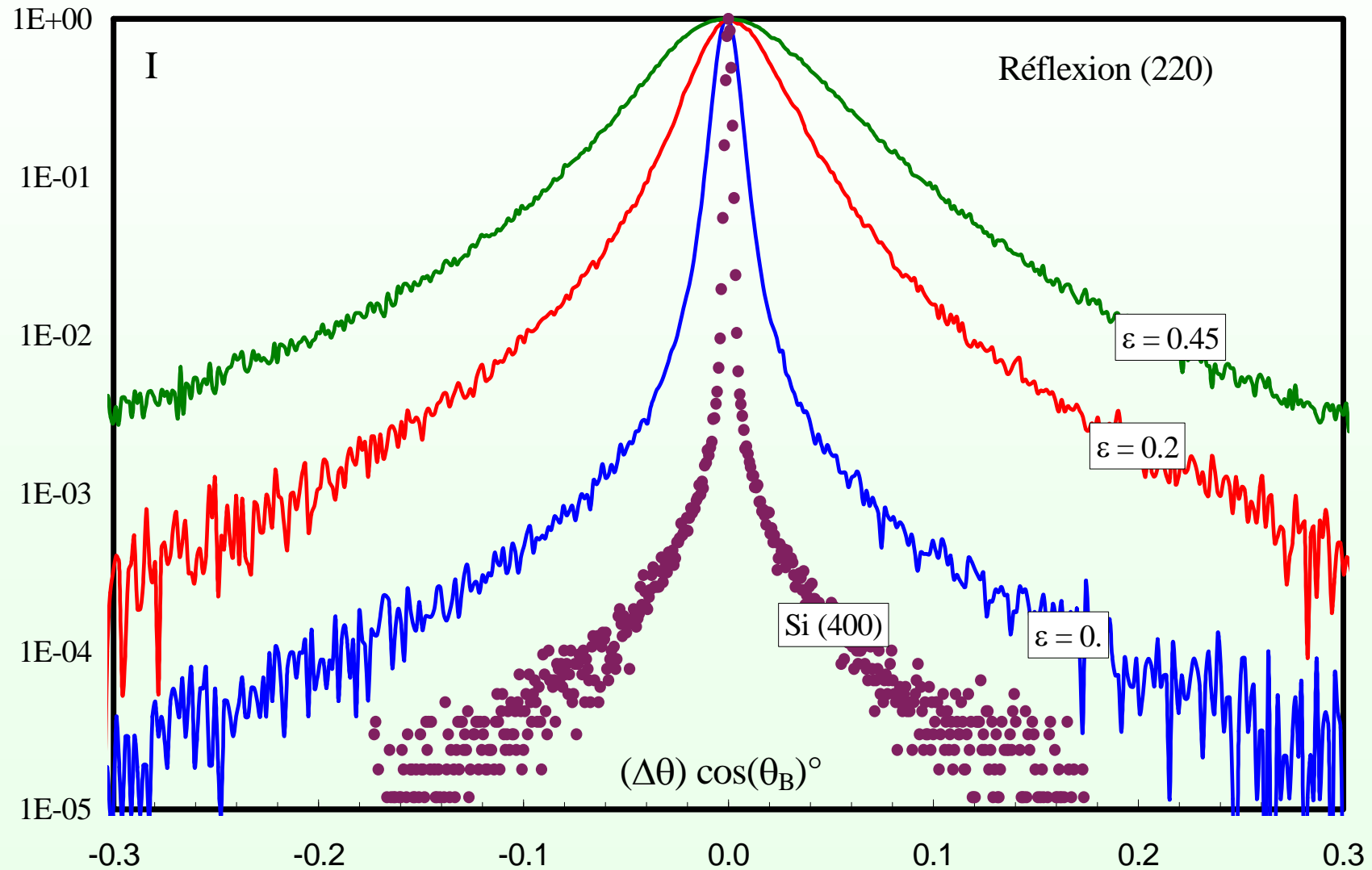
Montage convergent
Diffractomètre à haute résolution (LPMTM)

Pour un tube de cuivre:

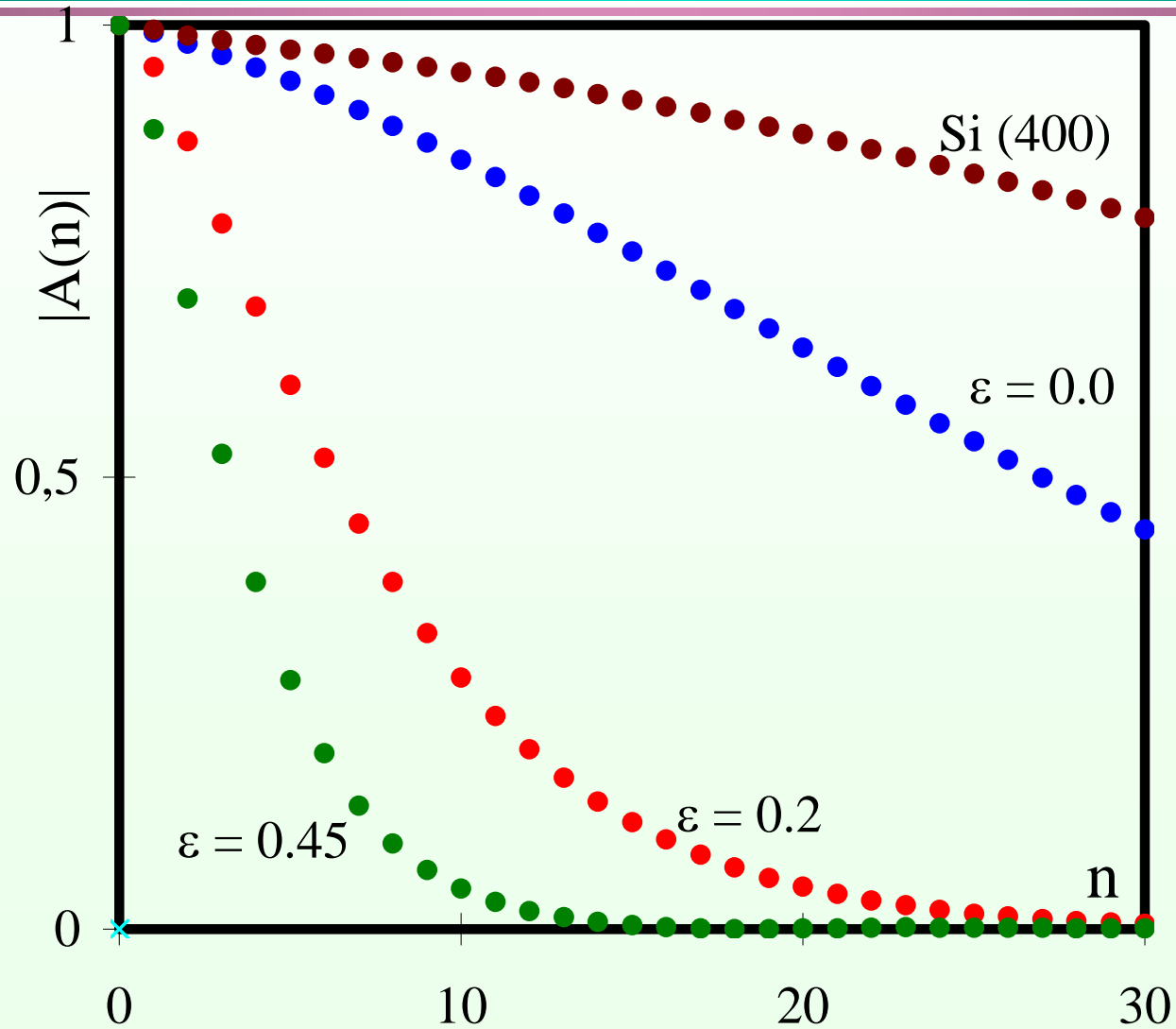
Résolution avec K_{β} (10^{-1}) et avec $K_{\alpha 2}$ ($2 \cdot 10^{-3}$)

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{\Delta(2\theta)}{\tan \theta_B} \leq 10^{-4}$$

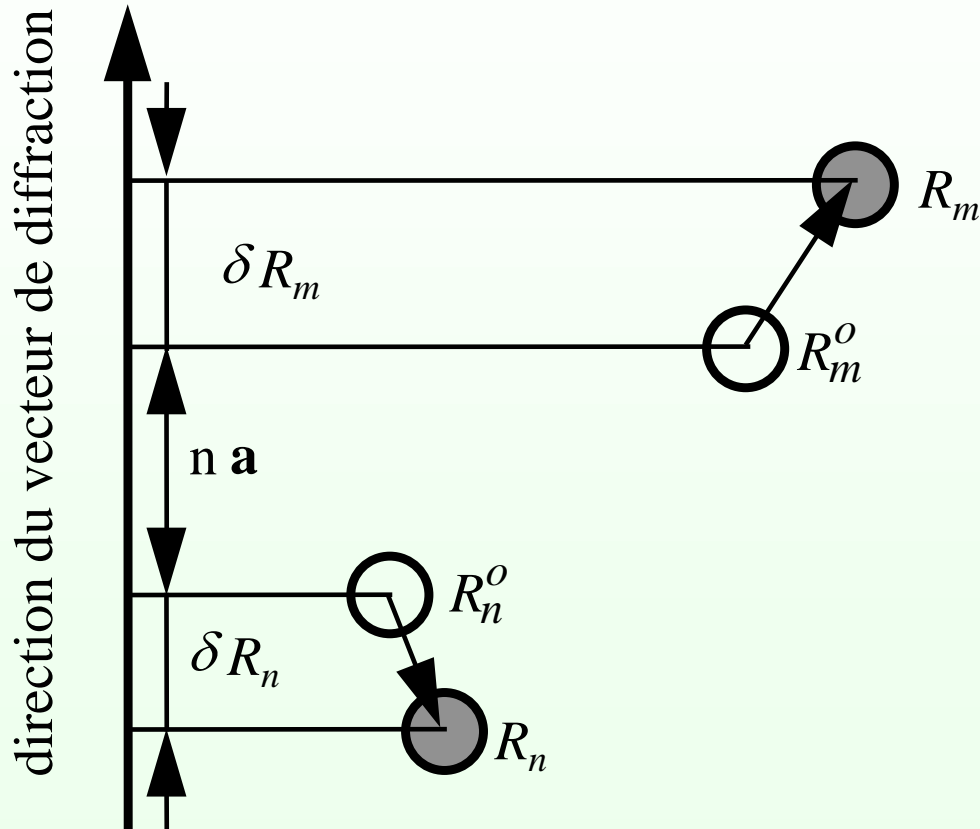
Effet de la déformation : Elargissement & asymétrie



Transformée de Fourier



Modélisation du profil de diffraction



L'intensité diffractée:

$$I = A \sum_{n,m} e^{i(\mathbf{k}-\mathbf{k}_0)(\mathbf{R}_m-\mathbf{R}_n)}$$

$$\delta\mathbf{R} = \mathbf{R} - \mathbf{R}_0$$

$$\mathbf{s} = (\mathbf{k} - \mathbf{k}_0)/2\mathbf{p} - \mathbf{g}_0$$

Modélisation du profil de diffraction

$$I = A \sum e^{2\pi i \mathbf{g}(\mathbf{R}_k^0 - \mathbf{R}_l^0)} e^{2\pi i \mathbf{s}(\mathbf{R}_k^0 - \mathbf{R}_l^0)} e^{2\pi i \mathbf{g}(\delta \mathbf{R}_k - \delta \mathbf{R}_l)} e^{2\pi i \mathbf{s}(\delta \mathbf{R}_k - \delta \mathbf{R}_l)}$$

$$I(s) = A \sum_{m,n} e^{2\pi i \mathbf{s}(\mathbf{R}_m^0 - \mathbf{R}_n^0)} e^{2\pi i \mathbf{g}(\delta \mathbf{R}_m - \delta \mathbf{R}_n)}$$

$$s = \frac{\cos \theta_B}{\lambda} \Delta(2\theta) \quad (\mathbf{R}_k^0 - \mathbf{R}_l^0) = n \mathbf{a}$$

$$A(n) = \exp\left(2\pi i \mathbf{g}(\delta \mathbf{R}_m - \delta \mathbf{R}_n)\right)$$

Modèles d'élargissement de profils de diffraction

- **Modèle de Warren-Averbach**

Profil symétrique, distribution gaussienne de déformation

$$A(n) = A_t(n) \times A_d(n) = \frac{N_n}{N} \langle \cos(2\pi g a n \varepsilon_n) \rangle = \ln(A_t(n)) + 2\pi^2 g^2 a^2 n^2 \langle \varepsilon_n^2 \rangle$$

- **Modèle de Krivoglaz-Ryaboshapka**

Distribution aléatoire de dislocations, profil symétrique, taille de cristal R

$$\ln [A(n)] = -\frac{\rho}{8\pi} (gb)^2 n^2 \ln \frac{2\pi R}{|gb| n}$$

Modèles d'élargissement de profils de diffraction

- Modèle de Wilkens

Profil symétrique, distribution aléatoire restreinte de dislocations

$$\ln [A(n)] \cong -\frac{\pi}{2} g^2 b^2 n^2 C \rho \left[0.36 + \ln \frac{R_e}{n} + C' \right]$$

$$C = \ln \frac{2}{|(g \cdot b) \sin \Phi|}$$

$$C = \frac{1}{k} \sum_k C_k$$

Modèles d'élargissement de profils de diffraction

- Modèle de Groma-Ungar-Wilkens

Distribution aléatoire de dislocations, profil symétrique, taille de cristal R

$$\operatorname{Re} [\ln A(n)] = -\eta \rho^* n^2 \ln \frac{R_{\text{eff}}}{n} + \frac{\eta^2}{2} \Delta \rho^{*2} n^4 \ln \frac{R_2}{n} \ln \frac{R_3}{n}$$

$$\operatorname{Im} [\ln A(n)] = -\eta P_o n^3 \ln \frac{R_1}{n} - \frac{\eta^2}{2} \Delta P_o^2 n^5 \ln \frac{R_4}{n} \ln \frac{R_5}{n}$$

$$\eta = \frac{\pi}{2} g^2 b^2$$

$$P_o = \langle S \rho^* \rangle$$

Contraste et densité apparente

A chaque mesure g :

$$\rho_g^* = \rho C_g$$

Différents systèmes de glissement s

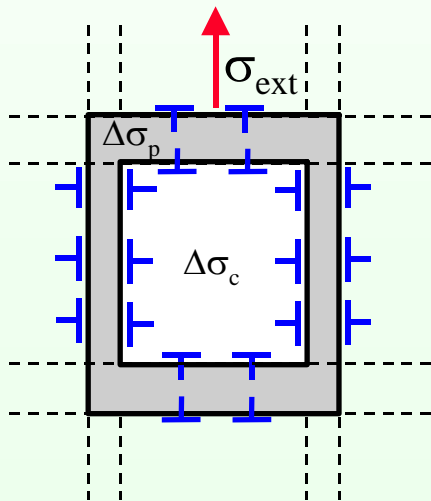
$$\rho^* = \sum_{s=1}^N \rho_s^* \quad \rho = \sum_{s=1}^N \rho_s \quad \rho_s^* = C_{g,s} \rho_s$$

$$C_g = \sum_{s=1}^N \frac{\rho_s}{\rho} C_{s,g}$$

Asymétrie de profils

Contraintes internes à longue portée

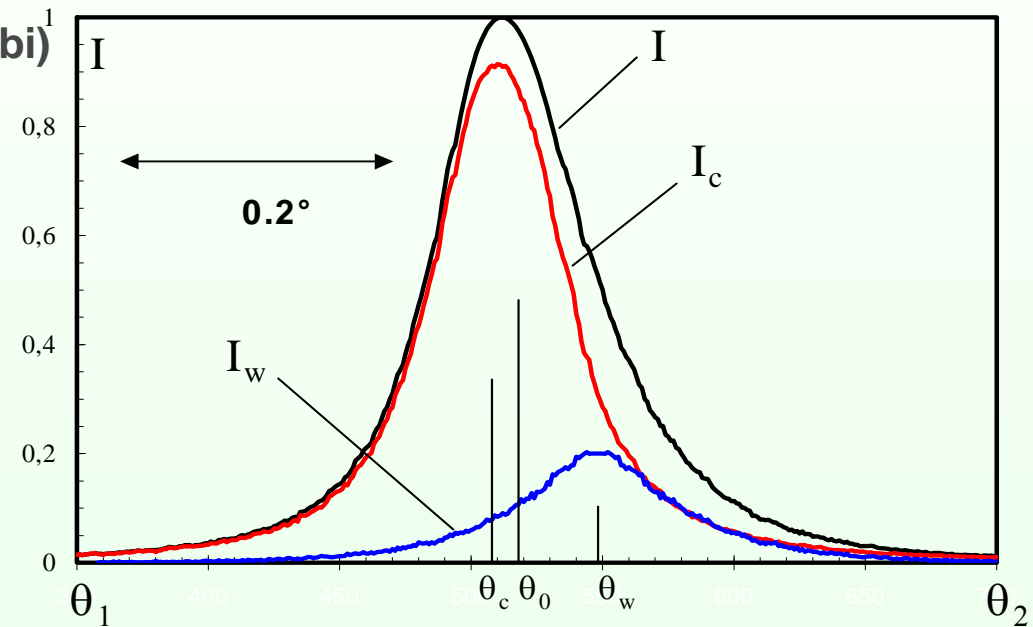
- Aspects théoriques
 - Polarisation des dislocations
 - Moment non nul des dipôles
- Modèle phénoménologique (Mughrabi)
 - Aspect composite
 - Cisaillement homogène



Décomposition expérimentale

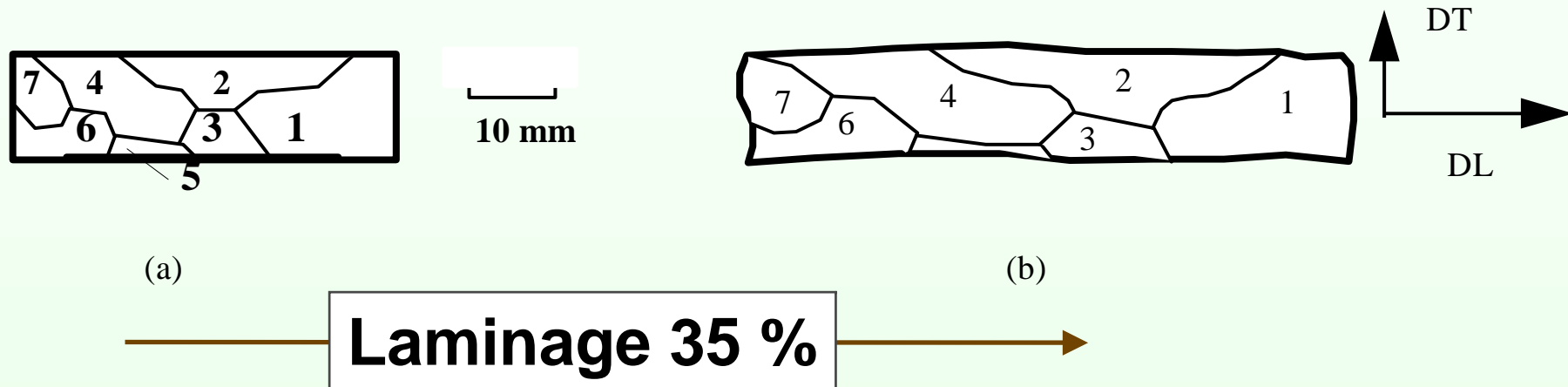
Stable ?

Unique ?



Application aux multicristaux de cuivre

- Echantillons de cuivre mono- et multicristallins



Densité de dislocations

Pour chaque mesure g: contraste par système

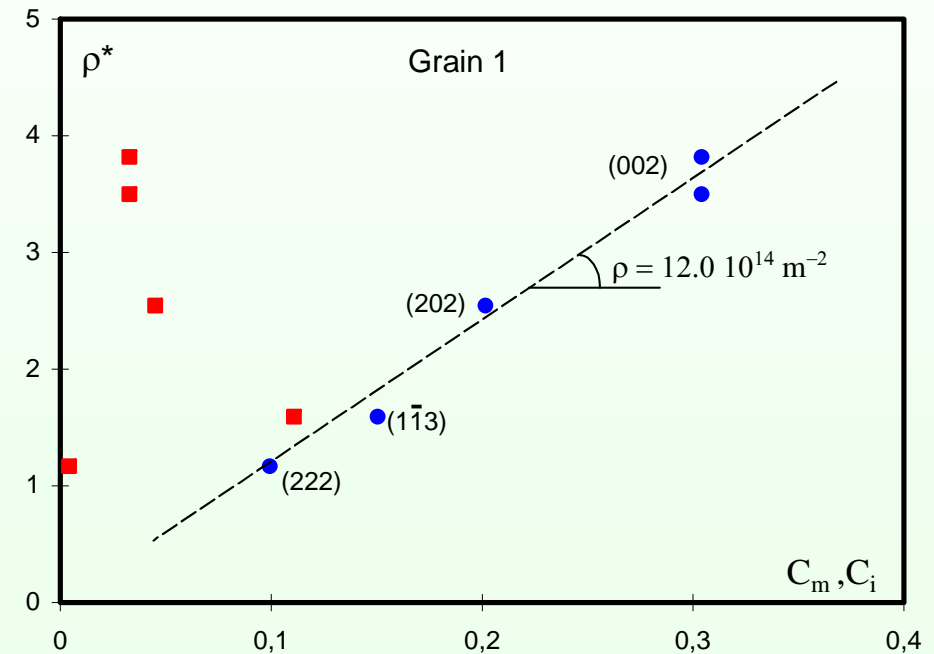
$$C_g = \sum_{s=1}^N \frac{\rho_s}{\rho} C_{s,g}$$

$$\rho_g^* = \rho C_g$$

Hypothèse sur l'activité des systèmes

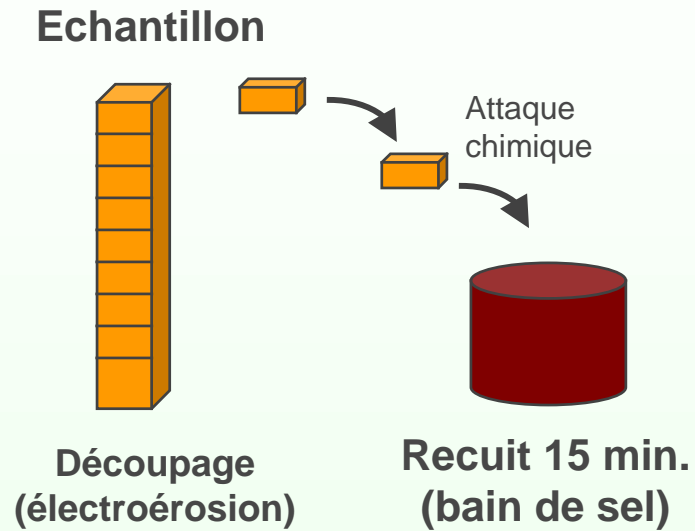
$$C_g = C_{g,s}$$

$$C_g = \frac{1}{12} \sum_s C_{g,s}$$

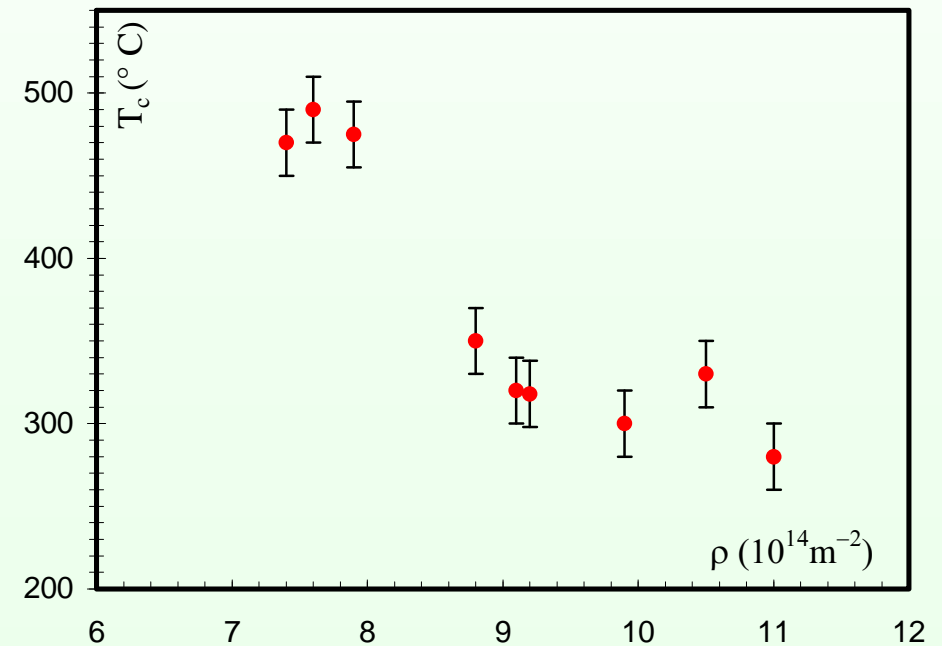
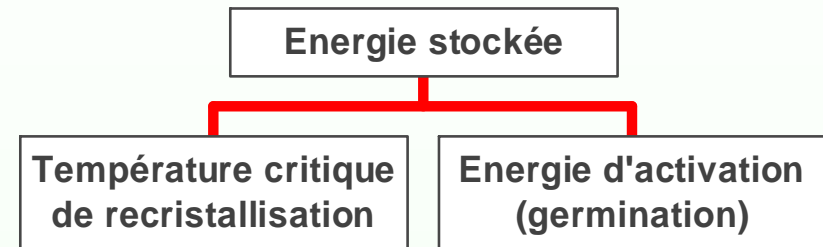


Grain	1	2	3	4	6	7
ρ (10^{14} m^{-2})	12	10.5	8.2	9.7	9.6	11.3

Effet de l'écrouissage sur la recristallisation



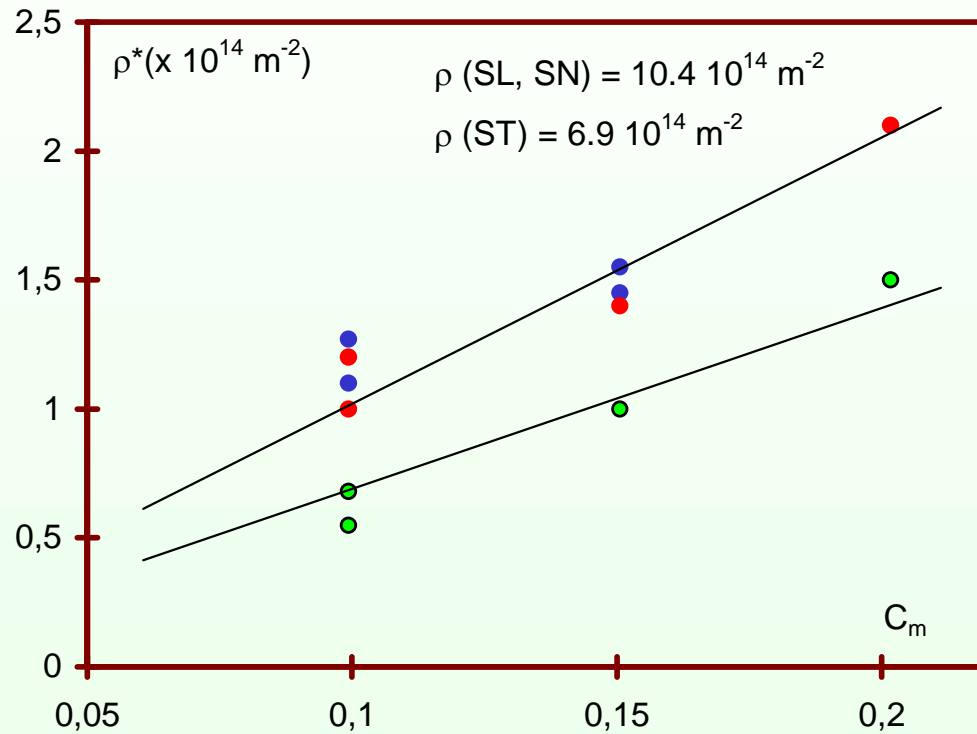
— 200 μm



Germination intragranulaire

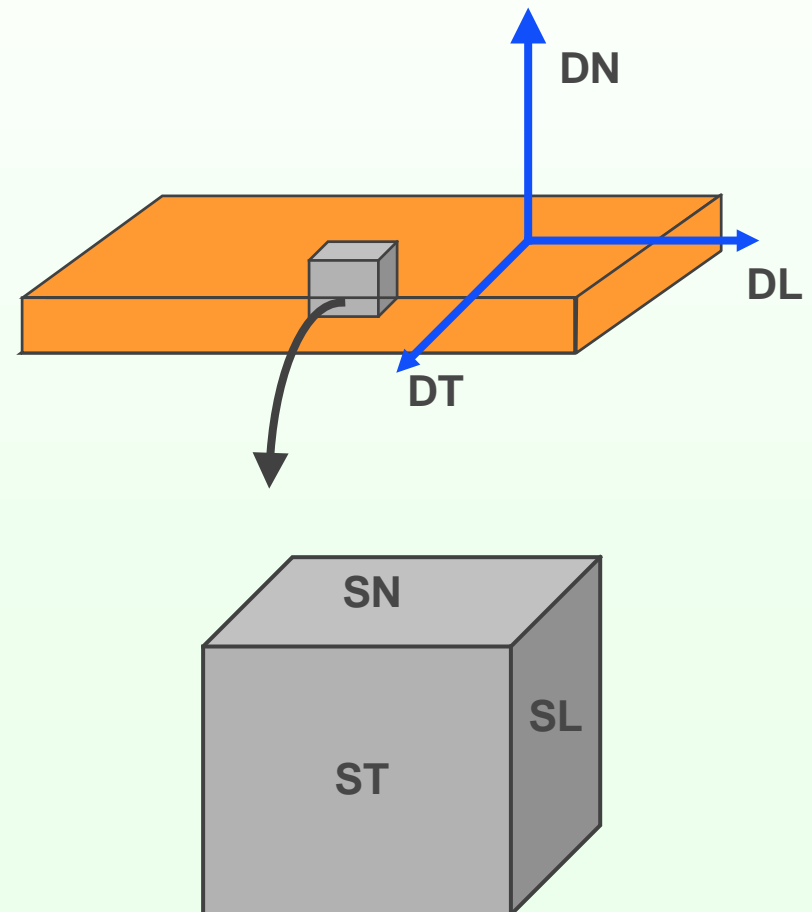
Limite de l'hypothèse du contraste moyen

Anisotropie de distribution de dislocations

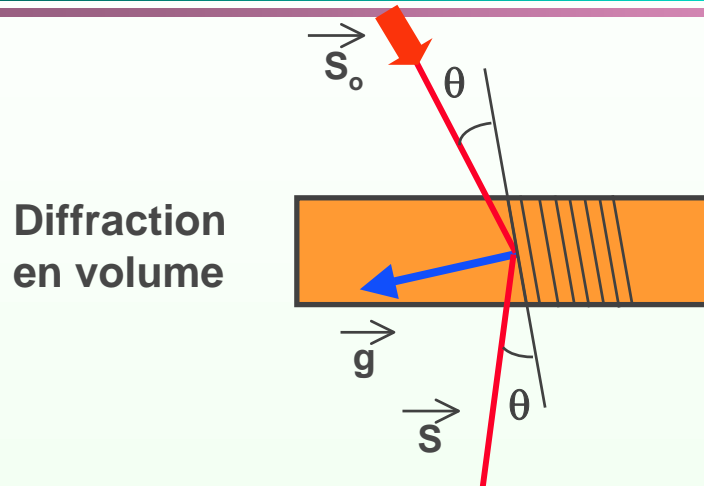


- Profils mesurés sur SN
- Profils mesurés sur ST
- Profils mesurés sur SL

Monocristal Mono - A

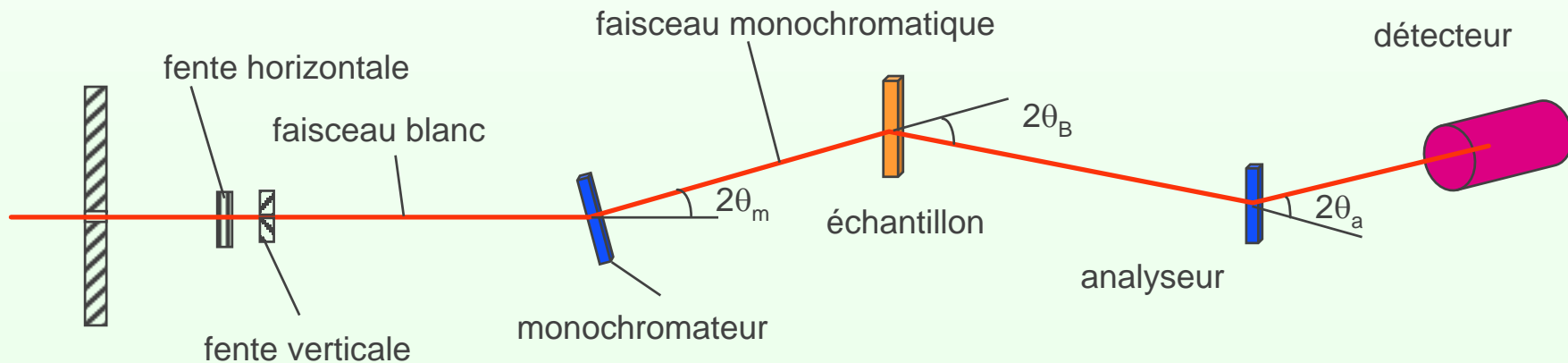


Diffraction synchrotron à haute résolution (ID15-A)



● Caractéristiques

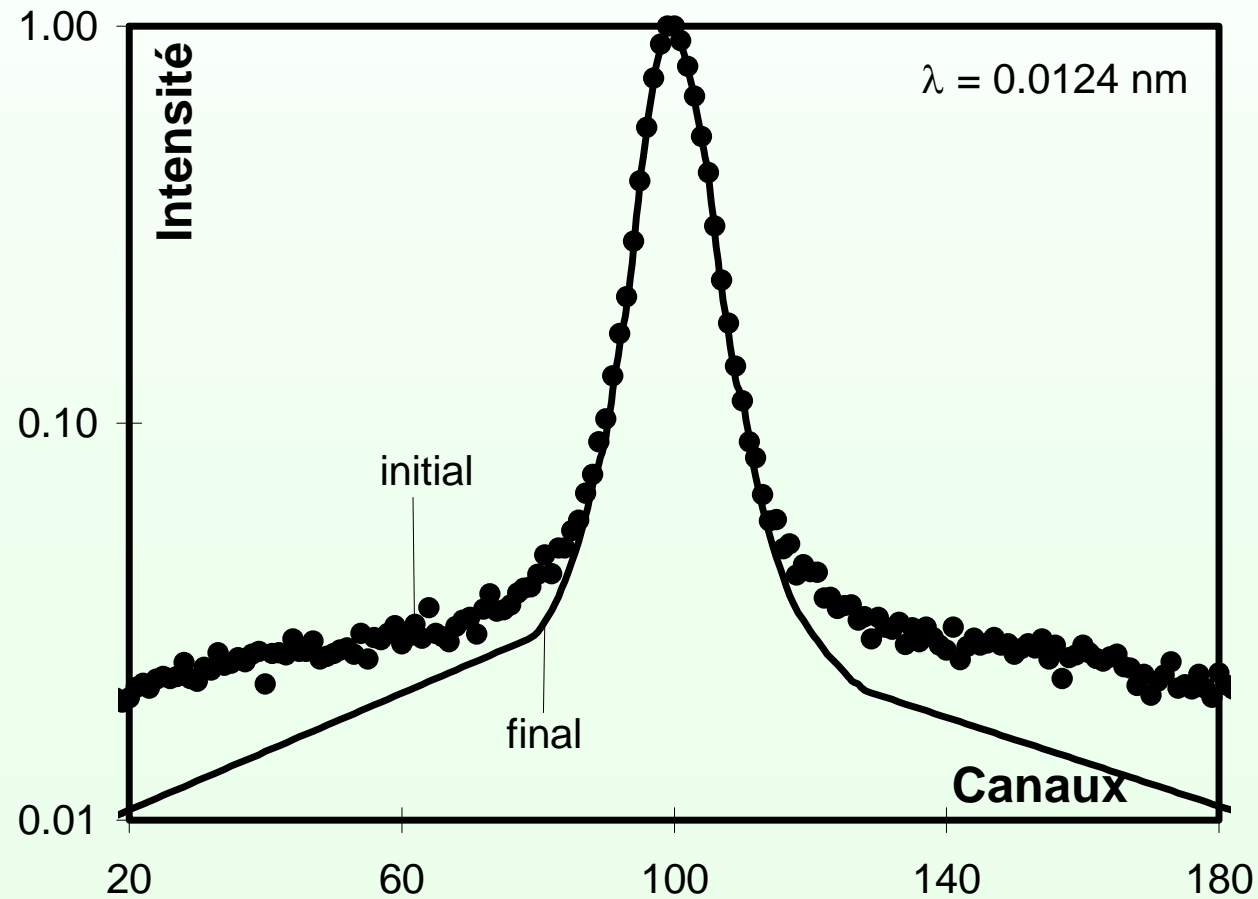
- Haute intensité
- Résolution spatiale
- Rayonnement monochromatique
- Problème de bruit de fond



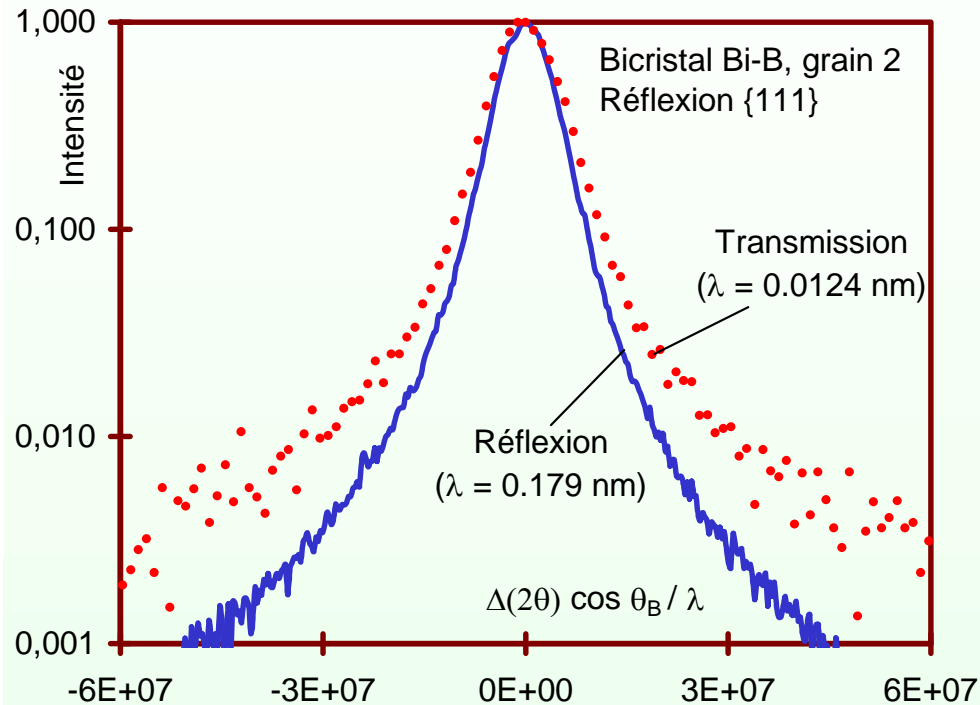
$\lambda = 0.125 \text{ \AA}$ $\theta_B \sim 3^\circ$ $\Delta\lambda / \lambda = 10^{-4}$

Diffraction synchrotron à haute résolution (ID15-A)

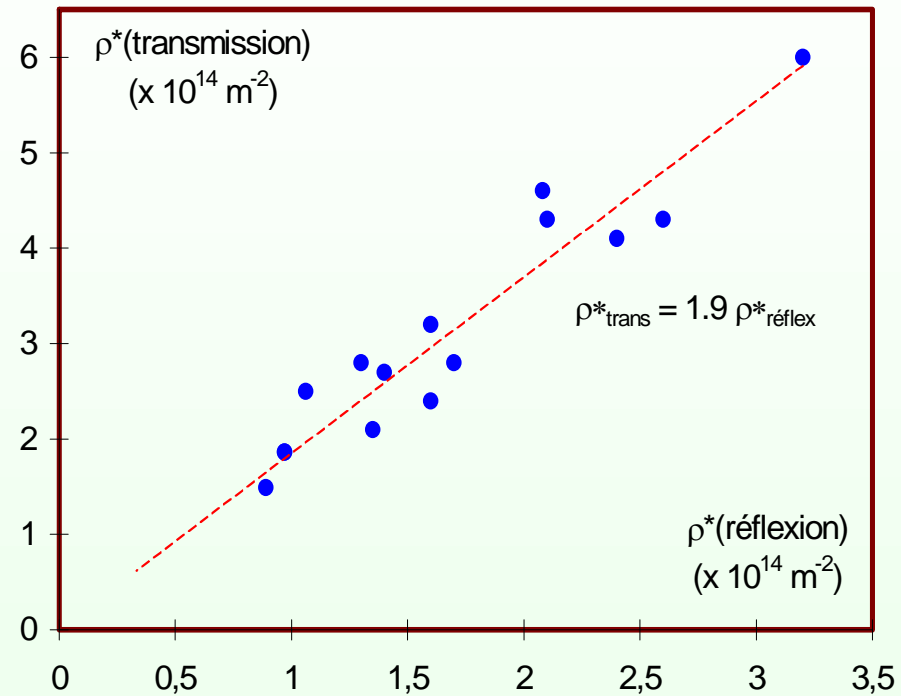
Problème de bruit de fond



Comparaison : transmission - réflexion



Profils après traitement
de bruit de fond

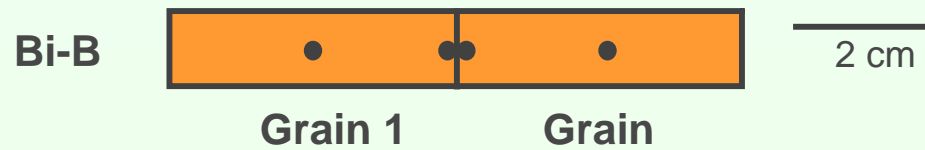
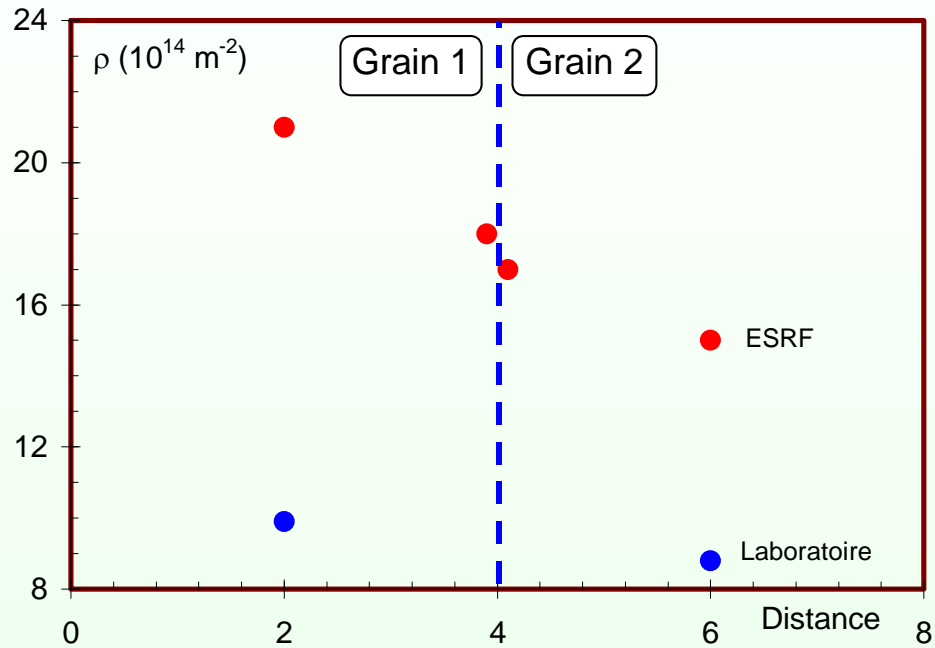


Pour chaque point :

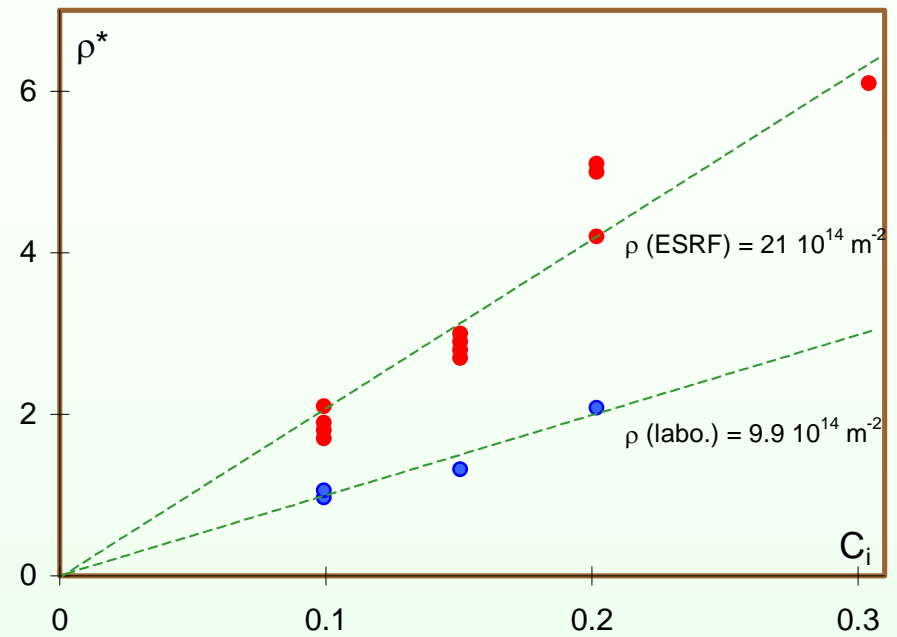
- même grain
- même type de réflexion

Conservation d'ordre d'écroûissage

Mesures en transmission: balayage intergranulaire



Ecrouissage intergranulaire moyen



Mesure dans le grain 1
Bicristal Bi-B

Conclusions

- Elargissement dû aux dislocation: 10^{-3}
- Diffraction à haute résolution possible (monocristaux, faible ε)
- Mesures à haute résolution (ID15-A): prb de bruit de fond
- Ecrouissage plus élevé en transmission qu'en réflexion