

L'atelier "Microdiffraction en faisceau blanc : des mesures vers une analyse physique" a rassemblé une quarantaine de participants, dont environ deux tiers avaient déjà utilisé la technique.

L'atelier s'articulait autour de deux objectifs :

- préciser les conditions d'application d'une analyse automatisée des données (cartographies), restreinte à une analyse des déformations élastiques locales (à l'échelle micronique, voire sub-micronique)

- examiner les processus physiques de déformation plastique, et évaluer les méthodes existantes pour extraire de l'information quantitative sur les déformations plastiques à partir des formes des pics de diffraction, dans une analyse plus "manuelle" et prospective. Une des difficultés pour cette analyse est qu'elle demande aux spécialistes des mesures locales par diffraction des rayons X d'acquérir la culture sur les dislocations traditionnellement plutôt détenue par les spécialistes de microscopie électronique.

Il convenait également d'examiner les techniques de diffraction "monochromatique" fournissant des informations complémentaires, pour comparer leur domaine d'application (ex : qualité cristalline des échantillons, densité de grains), et évaluer le degré d'avancement des méthodes d'analyse associées concernant les déformations plastiques. L'idée sous-jacente étant d'examiner quelles parties des concepts et du formalisme d'analyse sont récupérables d'une technique à l'autre, en vue de l'adoption d'une base d'outils communs.

Après une introduction des objectifs du GdR Mécano par O. Thomas, et une présentation par F. Rieutord des développements instrumentaux récents sur la station de microdiffraction Laue de BM32 à l'ESRF, une première session centrée sur la plasticité a eu lieu. L'objectif était de présenter deux des grandes approches pour la description des déformations plastiques. Tout d'abord l'approche micromécanique, avec un exposé d'O. Castelnau sur le comportement des polycristaux à des échelles allant du micron au mm. Cet exposé a été l'occasion de rappeler les bases de l'interprétation mécanique des mesures de diffraction X. Ensuite l'approche "physique" sur les mécanismes élémentaires, avec un exposé de J. Thibault-Pénisson rappelant les étapes historiques de la mise en évidence par la microscopie électronique des dislocations, de leur mouvement, et de leur interaction avec un joint de grains "initialement simple". La combinaison de différentes techniques MET (conventionnelle, in-situ pendant un essai mécanique, haute résolution) a permis d'élucider bon nombre de mécanismes élémentaires jusqu'à l'échelle atomique

Ces bases de description physique à différentes échelles étant rappelées, une seconde session a eu lieu, dédiée à l'influence des défauts de structure liés à la plasticité sur les taches de diffraction, et inversement au problème de la sensibilité de la détection de ces défauts par diffraction des rayons X en fonction du type de défaut, et aux capacités de la diffraction des rayons X à caractériser sans ambiguïté la géométrie et les arrangements de ces défauts.

G. Monnet a rappelé les premières tentatives menées en ce sens dans le groupe de T. Ungar, pour interpréter les assymétries des pics de diffraction haute résolution en terme d'un arrangement des dislocations en cellules. Cette analyse repose une prédiction faite par Mughrabi sur la nature des contraintes internes induites par les microstructures de dislocations : le cristal est comprimé à l'intérieur des murs de dislocations et dilaté au centre des cellules de dislocation.

B. Devinere a ensuite décrit les principaux types de microstructures de dislocations, et la terminologie associée, ainsi que les méthodes mathématiques pour décrire de façon continue la densité de "dislocations géométriquement nécessaires" (GNDs en anglais pour Geometrically Necessary Dislocations). S. Labat a ensuite décrit les hypothèses utilisées pour calculer la distribution des intensités diffractées dans l'espace réciproque produite par ces

microstructures, et montré des exemples d'analyse de forme des taches en microdiffraction issus des travaux de R.I. Barabash et al.

Une discussion s'en est suivie sur la nécessité ou non d'obtenir des informations complémentaires hors diffraction des rayons X (ex. par microscopie électronique) pour lever certaines ambiguïtés sur le type de microstructure de dislocations présent. Le problème étant de dépasser le stade d'une description purement géométrique de type "fonction de distribution d'orientation", pour passer à une description physique de la distribution de défauts, avec une mesure fiable de la densité de dislocations.

La session poster a permis aux participants de prolonger la discussion autour d'exemples concrets d'études par microdiffraction.

La session 3 était dédiée aux techniques, avec tout d'abord une partie sur les techniques en faisceau monochromatique et l'extension au 3D de la microdiffraction Laue, puis une partie d'examen en détail de la microdiffraction Laue.

J. Wright a décrit la technique de 3D-XRD, qui combine des clichés de diffraction de poudre à haute énergie mesurés sur deux détecteurs situés à différentes distances de l'échantillon, pour remonter par triangulation à la position 3D des grains diffractants. Il a discuté notamment de l'usage d'un 3^{ème} détecteur pour tenter de séparer les élargissements de taches provenant des déformations plastiques, de ceux provenant de la forme des grains. Il a également présenté le projet FABLE qui tente de réunir sous un même formalisme les logiciels d'analyse correspondant à différentes techniques de diffraction des rayons X, en vue de fournir un logiciel libre aux utilisateurs.

W. Ludwig a décrit la technique d'acquisition simultanée d'une image de l'échantillon dans l'espace direct par radiographie et du cliché de diffraction dans l'espace réciproque, combinant ainsi la tomographie et la détermination des orientations et déformations élastiques locales.

P. Bleuet a décrit les premières tentatives d'obtention de résolution 3D sur un micro-objet en microdiffraction Laue par combinaison d'une rotation de l'échantillon et d'un balayage perpendiculaire au faisceau.

Pour la partie sur la microdiffraction Laue, J.S. Micha a rappelé les différents ingrédients intervenant dans le calcul d'un diagramme de Laue, et les grandes étapes de l'analyse des diagrammes, en insistant sur la mise au point nécessaire de seuils de décision adaptés pour la sélection des pics et l'indexation, qui conditionne la qualité de l'analyse. Il a également décrit différentes méthodes disponibles pour l'indexation.

O. Robach a ensuite tenté d'évaluer les incertitudes sur les mesures de déformations élastiques en faisceau blanc, par deux méthodes : d'une part en traçant les distributions statistiques des solutions exactes obtenues en choisissant 4 pics sur les N disponibles dans un diagramme donné. Et d'autre part en comparant théorie et expérience sur un cas "idéal" de traction in situ dans le domaine élastique d'un polycristal à comportement mécanique isotrope (tungstène).

Deux exposés d'exemples d'application de la technique ont suivi, avec O. Sicardy (électrolytes solides pour piles à combustible) et H. Palancher (UO₂ irradié).

Une session de démonstration commentée des logiciels d'analyse a finalement eu lieu. O. Robach a présenté un exemple d'utilisation de XMAS (logiciel développé par N. Tamura à l'ALS et disponible sur <http://xraysweb.lbl.gov/microdif/>), en soulignant la disponibilité d'utilitaires Python permettant de reproduire les résultats de XMAS pour orientations et déformations (sur demande).

J.S. Micha a présenté la série de modules Python "LaueTools" en cours de développement, disponibles librement sur le site de SourceForge (<http://sourceforge.net/projects/lauetools/>). Cette série vise à fournir une alternative "open-source" à XMAS, tout en offrant plus de flexibilité pour l'ajout de modules spécifiques à un

problème physique donné (ex : macles). Les contributeurs ont la possibilité de soumettre leur codes et de modifier ceux actuellement existants. Une interface graphique permet d'utiliser une partie des modules (indexation et simulation).

A l'issue de cette session, une discussion a eu lieu concernant la contribution future des utilisateurs-développeurs à l'amélioration de LaueTools. L'ajout de modules plus orientés vers la physique, e.g. les modules de simulation de la diffraction par des microstructures de dislocations, est particulièrement souhaité. L'importance capitale d'une documentation des modules et du code a aussi été soulignée (notamment les repères des transformations).

En conclusion, cet atelier a permis de fournir quelques réponses aux questions soulevées par les participants lors des inscriptions. Notamment en microdiffraction Laue, pour "démystifier" l'analyse des largeurs de pics et préciser les conditions d'obtention de mesures de déformations élastiques fiables, et plus généralement, pour comparer les domaines d'application des différentes techniques.

Une base de logiciels "open source" gérant la partie purement géométrique de l'analyse des diagrammes de Laue est en place. Elle devrait permettre aux expérimentateurs de dépasser plus facilement la barrière de la géométrie pour s'attaquer aux diagrammes avec des formes de pics complexes, qui représentent une fraction importante des données.

Comme perspectives on peut citer l'insertion des résultats issus des simulations par dynamique de dislocations dans le calcul des formes de pics, et des réunions de concertation à prévoir entre développeurs de codes pour faciliter le "recollage" entre les modules provenant de différents auteurs.