



Caractérisation microstructurale des Matériaux – Analyse par les rayonnements X et électronique.

Par Claude ESNOUF

Broché
Paru le 1^{er} septembre 2011
Editeur : PPUR
Collection : METIS LyonTech
ISBN : 978-2-88074-884-5
Nb. de pages : 579 pages
Dimensions : 16cm x 24cm x 3cm

TABLE DES MATIERES

AVANT-PROPOS

INTRODUCTION

CHAPITRE 1 : ELEMENTS DE CRISTALLOGRAPHIE

- 1.1 Réseau de translation
 - 1.1.1 Définitions
 - 1.1.2 Classifications des cristallographes
 - 1.1.3 Symétries de réseau et de groupe ponctuel
 - 1.1.4 Opérations de symétrie de réseau
 - 1.1.5 Réseaux cristallographiques
- 1.2 Groupes ponctuels ou classes cristallines
 - 1.2.1 Construction des groupes ponctuels
 - 1.2.2 Les 32 groupes ponctuels
- 1.3 Groupes d'espace tridimensionnels
 - 1.3.1 Longueur d'onde associée
 - 1.3.2 Opérateurs de symétrie microscopique
 - 1.3.3 Construction des groupes spatiaux
 - 1.3.4 Lecture des Tables Internationales de Cristallographie
- 1.4 Indexation et représentation des plans réticulaires
 - 1.4.1 Indices de MILLER
 - 1.4.2 Espace et réseau réciproques
 - 1.4.3 Projection stéréographique
- 1.5 Bibliographie

CHAPITRE 2 : DIFFRACTION PAR LES CRISTAUX

- 2.1 Diffusion atomique et diffraction par un cristal
 - 2.1.1 Origine de la diffusion
 - 2.1.2 Diffraction par un cristal
- 2.2 Conditions de diffraction
 - 2.2.1 Conditions de LAUE
 - 2.2.2 Conditions de BRAGG

- 2.2.3 Conditions d'EWALD
- 2.3 Amplitude diffractée
 - 2.3.1 Définitions
 - 2.3.2 Facteur de structure
 - 2.3.3 Facteur de forme
 - 2.3.4 Intensité diffractée - Loi de FRIEDEL
 - 2.3.5 Transformée de FOURIER de l'intensité – Fonction de PATTERSON
- 2.4 Bibliographie

CHAPITRE 3 : RADIOCRISTALLOGRAPHIE X

- 3.1 Principaux rayonnements
 - 3.1.1 Propriétés générales
 - 3.1.2 Notions de base de l'interaction rayonnement-matière
- 3.2 Radiocristallographie X
 - 3.2.1 Production des rayons X
 - 3.2.2 Détection des rayons X
 - 3.2.3 Optique pour rayons X
 - 3.2.4 Filtrage par absorption sélective
 - 3.2.5 Unités utilisées en radioprotection
 - 3.2.6 Base physique de la diffusion cohérente des rayons X
 - 3.2.7 Diffusion incohérente
 - 3.2.8 Diffusion anormale
 - 3.2.9 Installations pour la radiocristallographie X
- 3.3 Méthodes expérimentales d'étude des cristaux par diffraction des rayons X
 - 3.3.1 Position du problème
 - 3.3.2 Méthode des poudres
 - 3.3.3 Méthode du $\sin^2 \Psi$ pour la mesure des contraintes
 - 3.3.4 Méthode du cristal tournant
 - 3.3.5 Méthode des LAUE
 - 3.3.6 Cas des textures
 - 3.3.7 Méthode par diffraction rasante (GIXRD et GISAXS)
 - 3.3.8 Réflectométrie
 - 3.3.9 Diffusion centrale
 - 3.3.10 Détermination structurale de structures complexes – Méthode directe de l'atome lourd
- 3.4 Techniques d'étude des matériaux par imagerie X
 - 3.4.1 Radioscopie et tomographie X
 - 3.4.2 Topographie X
 - 3.4.3 Microscopie X
 - 3.4.4 Ptychographie X
- 3.5 Bibliographie

CHAPITRE 4 : DIFFRACTION PAR LES RAYONNEMENTS CORPUSCULAIRES

- 4-1 Diffusion électronique et neutronique
 - 4.1.1 Facteurs de diffusion
 - 4.1.2 Caractéristiques particulières
- 4-2 Diffraction électronique
 - 4.2.1 Principe de la méthode
 - 4.2.2 Mode opératoire de la diffraction électronique
 - 4.2.3 Phénomène de double diffraction
 - 4.2.4 Exploitation du phénomène de diffusion inélastique – Lignes de KIKUCHI
- 4.3 Méthodes expérimentales d'étude des cristaux par diffraction électronique
 - 4.3.1 Diffraction conventionnelle
 - 4.3.2 Diffraction en faisceau convergent
 - 4.3.3 Diffraction par précession
- 4.4 Déterminations permises par la diffraction électronique
 - 4.4.1 Identification d'une substance
 - 4.4.2 Orientation d'un cristal
 - 4.4.3 Déterminations structurales

- 4.4.4 Mesure de l'épaisseur d'un objet
- 4.4.5 Analyse des défauts par LACBED
- 4.5 Exemples illustratifs
 - 4.5.1 Dépôts cristallins
 - 4.5.2 Fine précipitation de CrN dans un alliage Fe-3%Cr
 - 4.5.3 Relations cristallographiques entre grains (cas du dépôt Nb/Cu)
 - 4.5.4 Détermination des symétries cristallines d'un composé non répertorié
- 4.6 Bibliographie

CHAPITRE 5 : IMAGERIE ELECTRONIQUE

- 5.1 Présentation générale des imageries électroniques
 - 5.1.1 Pourquoi l'imagerie électronique ?
 - 5.1.2 Optique électronique
 - 5.1.3 Pouvoir séparateur théorique
 - 5.1.4 Différents types d'imagerie électronique
 - 5.1.5 Différents modes d'imagerie électronique
- 5.2 Production du faisceau - Le canon à électrons
 - 5.2.1 Filament et pointe émettrice
 - 5.2.2 Emission électronique
 - 5.2.3 Canon à électrons
 - 5.2.4 Brillance des sources
 - 5.2.5 Dispersion énergétique du faisceau - Coefficient d'aberration chromatique
- 5.3 Imagerie électronique à balayage
 - 5.3.1 Constitution du microscope
 - 5.3.2 Taille de sonde - Résolution intrinsèque
 - 5.3.3 Profondeur de champ
 - 5.3.4 Distance de travail
 - 5.3.5 Résolution selon les différents modes
 - 5.3.6 Modes de travail - Contraste des images
- 5.4 Imagerie électronique en transmission
 - 5.4.1 Constitution du microscope
 - 5.4.2 Observation des matériaux en imagerie conventionnelle (METC.CTEM)
 - 5.4.3 Théories du contraste des images en METC
 - 5.4.4 Exemples illustratifs en METC
 - 5.4.5 Contraste des images en imagerie de haute résolution (METHR/HRTEM)
 - 5.4.6 Fonction de transfert
 - 5.4.7 Exemples illustratifs en METHR
 - 5.4.8 Microscopie par contraste de FRESNEL
 - 5.4.9 Microscopie de LORENTZ - Observation des domaines magnétiques
 - 5.4.10 Holographie électronique
 - 5.4.11 Imagerie en champ sombre annulaire (ADF/HAADF)
 - 5.4.12 Tomographie électronique
 - 5.4.13 Préparation des objets
- 5.5 Bibliographie du chapitre 5

CHAPITRE 6 : SPECTROSCOPIES X ET ELECTRONIQUE

- 6.1 Généralités
- 6.2 Spectroscopie X
 - 6.2.1 Spectroscopie EDS (ou EDX)
 - 6.2.2 Spectroscopie WDS (ou WDX)
 - 6.2.3 Fluorescence X
 - 6.2.4 Spectroscopie X induite par irradiation de particules
- 6.3 Spectroscopie d'émission
 - 6.3.1 Spectroscopie de photoémission (XPS ou ESCA)
 - 6.3.2 Spectroscopie AUGER
- 6.4 Spectroscopie d'absorption
 - 6.4.1 Introduction
 - 6.4.2 Spectroscopie d'absorption X
 - 6.4.3 Spectroscopie de pertes d'énergie des électrons (EELS)

6.4.4 Comparaison XAS et EELS
6.5 Bibliographie

- ANNEXE A : RESEAUX ET GROUPES A DEUX DIMENSIONS
ANNEXE B : TRANSFORMEE DE FOURIER, PRODUIT DE CONVOLUTION ET FONCTION DE PATTERSON
 B.1 Propriétés
 B.2 Exemples de transformées
 B.3 Produit de convolution
 B.4 Fonction de PATTERSON
ANNEXE C : COEFFICIENT DE DEBYE-WALLER
ANNEXE D : RAPPELS SUR LA STRUCTURE ELECTRONIQUE D'UN ATOME
ANNEXE E : OPTIQUE DIFFRACTIVE : RESEAUX ZONES ET LENTILLE DE FRESNEL
ANNEXE F : FACTEUR DE FORME ET GEOMETRIE DU CRISTAL
ANNEXE G : RELATION FACTEUR DE DIFFUSION ELECTRONIQUE ET POTENTIEL
ANNEXE H : FACTEUR DE DIFFUSION ELECTRONIQUE DANS LE MODELE DE WENTZEL-YUKAWA
ANNEXE I : CORRECTEURS D'ABERRATIONS
ANNEXE J : COMPLEMENTES A L'IMAGERIE DE HAUTE RESOLUTION
 J.1 Déphasage résultant d'une aberration
 J.2 Fonction de transfert et défocalisation de SCHERZER
 J.3 Cohérence spatiale partielle
 J.4 Cohérence temporelle partielle
 J.5 Fonction de transfert d'un microscope réel
 J.6 Transformée de FOURIER d'un potentiel sinusoïdal en sortie de l'objet
 J.7 Approche générale de la construction de l'image
 J.7 Transformée de FOURIER de l'image
ANNEXE K : REGLE D'OR DE FERMI ET SECTIONS EFFICACES DE PERTES
 K.1 Probabilité de transition
 K.2 Excitation électronique
 K.3 Excitation photonique
 K.4 Comparaison des deux modes d'excitation

EXERCICES ET LEURS SOLUTIONS:

- EX.1 : Structures cristallines simples
EX.2 : Sites dans les structures simples
EX.3 : Réseaux à deux dimensions
EX.4 : Modèle cristallographique de la Wurtzite ZnS
EX.5 : Opérateurs de symétrie
EX.6 : Changement de base
EX.7 : Réseau réciproque
EX.8 : Cristaux R
EX.9 : Projection stéréographique d'un cristal quadratique
EX.10 : Facteur de structure
EX.11 : Détermination structurale de Al_3BC par diffraction X
EX.12 : Orientation d'un monocristal de silicium
EX.13 : Diffusion à force centrale
EX.14 : Diffraction électronique du cobalt dans le cermet WC-Co.
EX.15 : Zones de LAUE de l'or
EX.16 : Imagerie de haute résolution de l'alliage Fe-Al
EX.17 : Analyse EDX du chrysotile
EX.18 : Analyse XPS du chrysotile
EX.19 : Analyse AUGER d'un verre et des oxydes de cuivre

DEFINITIONS ET VALEURS DE QUELQUES GRANDEURS PHYSIQUES