



HAL
open science

Techniques d'imagerie pour la caractérisation 3D des matériaux à l'ESRF

Elodie Boller, Paul Tafforeau, Wolfgang Ludwig, Lukas Helfen, Timm Weitkamp, Luc Salvo, Peter Cloetens, José Baruchel

► **To cite this version:**

Elodie Boller, Paul Tafforeau, Wolfgang Ludwig, Lukas Helfen, Timm Weitkamp, et al.. Techniques d'imagerie pour la caractérisation 3D des matériaux à l'ESRF. Matériaux 2010, Oct 2010, Nantes, France. hal-00534499

HAL Id: hal-00534499

<https://hal.science/hal-00534499>

Submitted on 10 Nov 2010

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Techniques d'imagerie pour la caractérisation 3D des matériaux à l'ESRF

Elodie Boller^a, Paul Tafforeau^a, Wolfgang Ludwig^b, Lukas Helfen^c
Timm Weitkamp^a, Luc Salvo^d, Peter Cloetens^a, José Baruchel^a

^a *European Synchrotron Radiation Facility, 6 rue Jules Horowitz 38043 Grenoble cedex, boller@esrf.fr, tafforea@esrf.fr, weitkamp@esrf.fr, cloetens@esrf.fr, baruchel@esrf.fr*

^b *GEMPPM-MATEIS, INSA de Lyon, UMR CNRS 5510, 20 avenue Albert Einstein 69621 Villeurbanne, ludwig@esrf.fr*

^c *Institute for Synchrotron Radiation ANKA, Forschungszentrum Karlsruhe, Postfach 3640, D-76021 Karlsruhe, Germany, helfen@esrf.fr*

^d *Laboratoire SIMAP, Groupe GPM2, ENSE, Site Ampère, 101 rue de la physique, BP 46 Saint Martin d'hères, luc.salvo@simap.grenoble-inp.fr*

RESUME:

Depuis plus d'une dizaine d'années, la ligne de lumière ID19 de l'ESRF est dédiée à l'imagerie aux rayons X. Son rôle est de proposer aux utilisateurs et de développer de nouvelles techniques d'imagerie, améliorant la qualité des images et permettant d'accéder à de nouvelles informations. Imaginée et construite au départ pour la topographie, des techniques comme la microtomographie en absorption puis en contraste de phase ont émergé. Par le biais de collaboration avec d'autres instituts, la laminographie, la diffraction en contraste de phase et l'interférométrie sont venues compléter l'ensemble des techniques proposées. Cet article se propose de détailler l'état de l'art de toutes ces développements, étayé par quelques applications en science des matériaux et dans d'autres domaines.

MOTS-CLES : Imagerie 3D, synchrotron, contraste de phase, diffraction, laminographie, interférométrie

L'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), situé à Grenoble, est un exemple remarquable de coopération scientifique européenne. Dix-neuf pays participent au financement et au fonctionnement de cette source de rayons X, l'une des plus intenses au monde. La lumière synchrotron extrêmement brillante de l'ESRF ouvre des possibilités inégalées dans l'exploration des biomolécules, nanomatériaux, catalyseurs en action, fossiles ou objets précieux du patrimoine. L'ESRF reçoit environ 6000 scientifiques chaque année, qui viennent y réaliser les expériences les plus diverses.

Quarante lignes de lumière sont en service à l'ESRF depuis 1998, chacune de ces lignes étant optimisée pour un nombre restreint de techniques. L'imagerie aux rayons X est présente dans un nombre relativement important de lignes et un groupe de 6 lignes de lumières lui est consacré (BM05, ID17, ID19, ID21, ID22, ID22NI). ID19 est une des lignes longues (150m), dédiée aux techniques d'imagerie en faisceau parallèle, et majoritairement à la microtomographie.

L'accès académique à l'ESRF se fait par le biais d'une soumission de projets semestrielle (avant le 1^{er} mars et le 1^{er} septembre de chaque année). Il consiste à décrire un projet scientifique nécessitant d'utiliser les propriétés d'un faisceau synchrotron. Un comité, composé d'experts extérieurs à l'ESRF, note ces différents projets et alloue ou non un certain nombre de *shifts* (période de faisceau de 8h), pour une date qui, en moyenne, se situe six mois plus tard.

Des compagnies industrielles ont également besoin de la microtomographie à rayonnement X synchrotron pour résoudre certaines problématiques qui ne peuvent pas être étudiées avec des dispositifs conventionnels. Ils peuvent accéder aux lignes, soit par des collaborations avec des groupes de recherche académiques, comme mentionné précédemment, soit en achetant de l'expertise et du temps de faisceau. Dans ce cas, l'ESRF propose un accès rapide, la confidentialité et un service complet. Ce service comprend la préparation de l'expérience (faisabilité, mise en place, planification), la réalisation de l'expérience, la reconstruction des différents volumes et l'envoi des résultats. Bien sûr l'industriel, peut, s'il le souhaite, participer à l'expérience. L'accès au temps de faisceau peut se faire, dans la plupart des cas, dans le mois qui suit la demande.

ID19 a été construite en 1994. Cette ligne a été conçue et optimisée pour une technique d'imagerie, basée sur la diffraction X, la topographie. La topographie à diffraction X est le nom générique des techniques qui utilisent la diffraction des rayons X par un cristal pour imager celui-ci. Les images résultantes sont appelées des topographies. Elles montrent la distribution, dans l'espace direct, comme dans toutes les techniques de microscopies, de différentes singularités de la tache de diffraction étudiée. Ces singularités sont des défauts particuliers du cristal qui peuvent être des précipités, des dislocations individuelles, des

défauts d'empilement, des domaines et des limites de phases. La topographie se base sur le fait que ces singularités et inhomogénéités peuvent affecter plus ou moins la distribution spatiale de l'intensité diffractée, modifiant le contraste. La topographie standard ne peut être pratiquée que sur un monocristal, ou sur quelques grains à l'intérieur d'un polycristal. Il existe un bon nombre de variantes : en transmission ou en réflexion, avec un faisceau monochromatique ou blanc (polychromatique), avec un faisceau divergent ou une onde plane. La topographie à diffraction X est similaire à la microscopie à fond noir. Les différences résident dans l'échelle d'utilisation: La résolution est considérablement moins bonne (de l'ordre du micron), mais elle permet d'étudier des échantillons bien plus épais (500 microns). L'apport du rayonnement synchrotron permet d'améliorer la résolution spatiale (technique du faisceau faible par exemple) et permet, grâce à ses temps de pose réduits des expériences en temps réel (croissance cristalline, mouvements de défauts, domaines ou phases, etc...

L'émergence et la prépondérance de la microtomographie sur ID19 a entraîné la décision de migrer la topographie. Toutes ces techniques basées sur la diffraction sont donc maintenant proposées et optimisées sur la ligne BM05, laissant à ID19 le soin de développer d'autres techniques d'imagerie.

Microtomographie en absorption

La microtomographie est une technique d'imagerie non destructive, basée sur l'absorption des rayons X par les matériaux, qui comporte deux étapes: 1) l'acquisition d'environ 1500 radiographies pendant la rotation de l'échantillon de 0 à 180°, en 15 minutes en moyenne et 2) l'utilisation d'un algorithme de reconstruction pour obtenir l'image en 3 dimensions de l'échantillon, en 10 minutes environ.

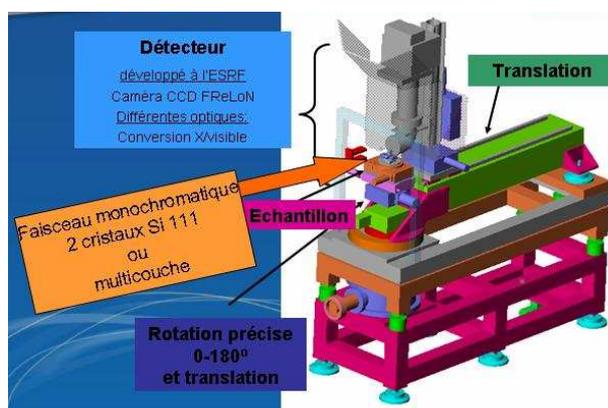


Figure 1 : Dispositif expérimental de microtomographie (version haute résolution sur ID19)

Cette technique est basée sur le même principe que le scanner médical. Cependant, l'utilisation d'un faisceau de rayons X synchrotron permet d'étudier la microstructure de divers matériaux avec une résolution spatiale pouvant être inférieure au micron, donc bien supérieure à celle d'un scanner médical (environ 250 microns). Dans l'approche standard de microtomographie à rayonnement X synchrotron, il n'y a pas d'agrandissement de l'image. Le faisceau est parallèle et la résolution spatiale découle donc directement de la résolution du détecteur. Cette résolution varie en fonction de la taille physique du pixel sur le CCD, ainsi que de l'optique et du scintillateur utilisés. Une large gamme d'optiques a été développée sur ID19 et des tailles « effectives » de pixels de 30 à 0.17 μm sont actuellement disponibles, pour une résolution maximale mesurée autour de 0.4 micron.

Les avancées technologiques sont constantes et l'amélioration des différents aspects de la microtomographie sur ID19 est un projet permanent. Deux instruments dédiés à cette technique ont été développés. Le premier est consacré aux moyennes résolutions (30, 20, 10 et 5 μm) et le second aux hautes résolutions (de 3 à 0.17 micron avec une multitude de combinaisons possibles grâce à deux barillets de 3 objectifs et 4 oculaires). Des études multi-échelles sont donc ainsi rendues possibles.

Egalement dans ce sens, un passeur d'échantillons a été développé pour pouvoir analyser une série d'échantillons dans les mêmes conditions expérimentales. Ainsi, l'ESRF fournissant du faisceau 6 jours sur 7 et 24h sur 24, ce temps de faisceau est exploité dans les meilleures conditions.

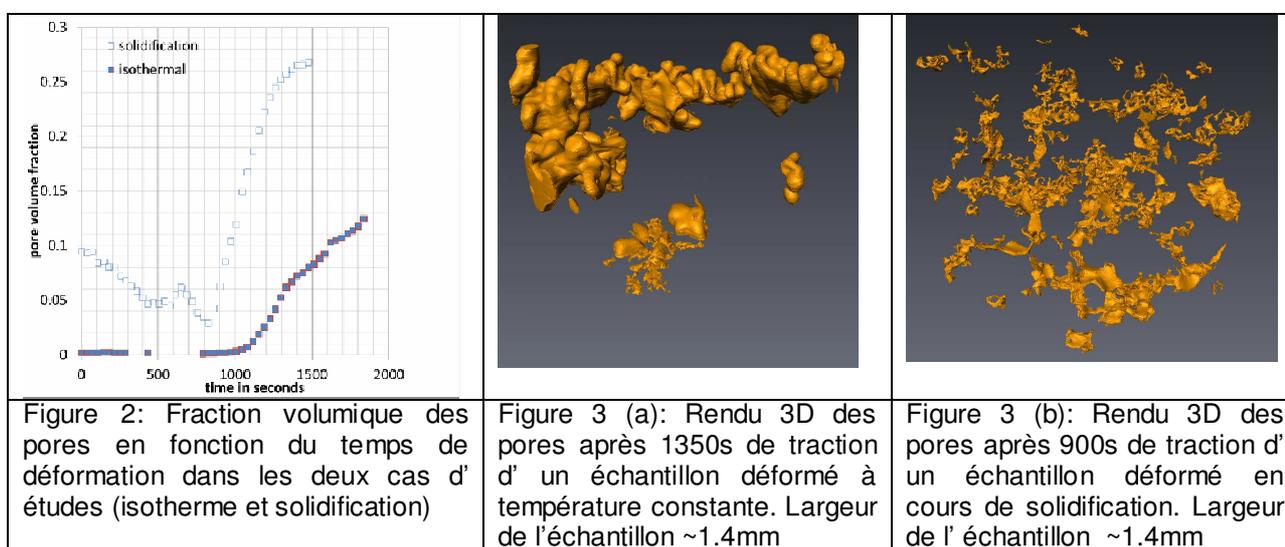
En ce qui concerne l'environnement échantillon, plusieurs instruments ont été mis au point, en collaboration avec des laboratoires extérieurs. Ainsi, sont disponibles pour les utilisateurs, un appareil de traction/compression, un appareil de fatigue, un cryostat, un cryostream, deux fours de caractéristiques différentes, un dispositif de traction à chaud, un contrôleur d'hygrométrie ...

Les équipes d'utilisateurs se succèdent sur le dispositif expérimental à un rythme journalier ou, au plus hebdomadaire. Il est donc impératif d'automatiser au maximum l'ensemble des procédures afin d'obtenir des images de la meilleure qualité possible, de façon simple et rapide. Les quantités de données

généérées peuvent atteindre 1 Teraoctet par jour, sans compter les données après reconstruction des volumes.

Parmi le nombre important de projets réalisés sur ID19, nous avons choisi de vous présenter une application en science des matériaux : l'étude de déformation en traction à l'état semi-solide d'un alliage. Cette application démontre l'intérêt d'une source synchrotron pour une telle étude *in-situ*.

Afin d'étudier le phénomène de résistance aux criques de solidification, des expériences *in situ* ont été menées par une équipe grenobloise (B. Mireux, S. Terzi, L. Salvo, M. Suéry). Ces tests ont été effectués à température constante : l'échantillon était alors maintenu au-dessus de la température eutectique à 555 °C et en cours de solidification : l'échantillon a été solidifié à une vitesse de 0.3K/min à partir de 555°C. Le dispositif pour les expériences en traction est un dispositif à température ambiante muni d'une bobine à induction pour chauffer l'échantillon. Les détails de ce dispositif et les paramètres de ces tests sont décrits dans les références [1] et [2]. Dans ces deux types d'expériences (isotherme et solidification), nous avons observé, premièrement, un enrichissement du liquide dans la zone fortement déformée suivi d'une nucléation de pores dans le liquide et de la coalescence de ces pores menant à la fracture. La nucléation des pores commence au bout de 750 secondes pour les deux échantillons mais la cinétique est plus rapide quand l'échantillon est solidifié, comme le montre la figure 3. Les figures 3 (a) et (b) représentent la morphologies des pores correspondant à une fraction volumique de pores de 6%. Il apparaît clairement que la forme et la connectivité de ces pores sont très différentes, indiquant qu'il est essentiel d'effectuer des essais en traction *in situ* pendant la solidification afin d'étudier le phénomène de criques de solidification.



Application de microtomographie haute énergie

Le tungstène déposé par projection plasma ("plasma-sprayed tungsten", PS-W) est une matière poreuse dont les propriétés thermo-mécaniques sont prometteuses pour le revêtement des parois de futurs réacteurs de fusion nucléaire. Appliqué sur des surfaces directement exposées à un plasma de fusion, un tel revêtement doit pouvoir supporter un flux de chaleur élevé et des contraintes mécaniques importantes. Une modélisation thermo-mécanique précise est nécessaire pour comprendre les mécanismes complexes d'endommagement et de rupture d'un tel revêtement. La connaissance des propriétés statistiques de la structure poreuse est une base indispensable pour ces calculs. La seule façon d'obtenir des données volumiques de ce genre en espace réel est la microtomographie X. Cependant, l'acquisition de données pose plusieurs défis, liés à la haute résolution spatiale exigée (de l'ordre du micron), combinée à la haute densité du tungstène, qui nécessitent l'utilisation d'énergies relativement élevées ainsi que la préparation d'échantillons de petit diamètre. A ID19, des rayons X de 52 keV ont été utilisés pour obtenir des données volumiques sur du PS-W avec une taille de pixel de 1.4 micron. En raison de la fragilité du PS-W, le taux de succès dans l'usinage des échantillons, dont le diamètre ne devait pas excéder 0.5 mm, n'était que d'environ 15%. La figure 4 montre des visualisations 3D d'une région d'intérêt de l'un des échantillons étudiés.

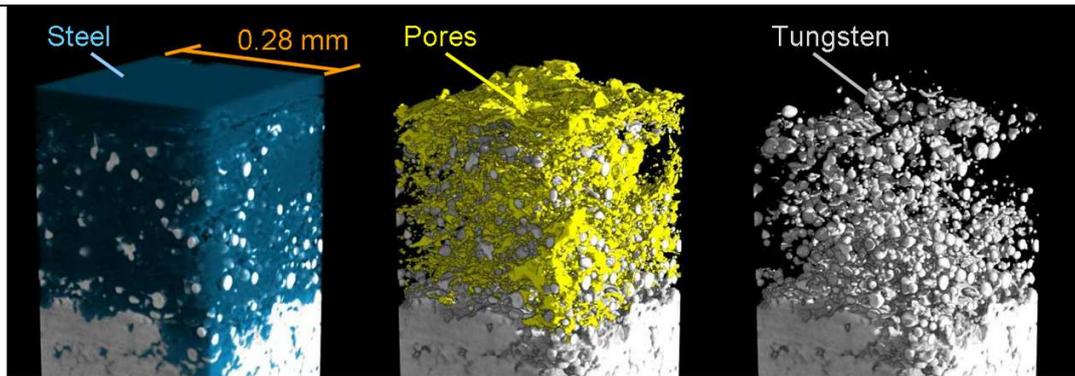


Figure 4: Visualisations 3D d'une région d'un échantillon de tungstène poreux (PS-W). Les images montrent la couche "interlayer" entre le tungstène (gris clair) et l'acier (bleu) qui supporte le revêtement. Le réseau poreux est montré en jaune. (Collaboration avec A. Zivelonghi, J.-H. You et C. Linsmeier, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik IPP, Garching, Allemagne)

Microtomographie en contraste de phase

Les faisceaux de rayons X produits par un synchrotron de troisième génération présentent un haut degré de cohérence spatiale. En plus du contraste lié à l'absorption du matériau, cette propriété amène un autre type de contraste, le contraste de phase. Des images en contraste de phase peuvent être obtenues en faisant varier simplement la distance entre l'échantillon et le détecteur. Il s'agit de la technique dite « de propagation » [3]. L'avantage de cette technique d'imagerie est sa sensibilité accrue, en particulier pour des matériaux légers de type polymère ou pour des matériaux composites dont les différents constituants ont des coefficients d'atténuation linéaires très proches (par exemple, Al et SiC). Il est ainsi possible de détecter, par exemple, de fines particules de carbure de silicium dans une matrice d'aluminium, grâce à « l'accentuation de contraste aux bords ». L'imagerie de phase, basée uniquement sur la visualisation des bords (où se produit un saut de phase), est très utilisée pour l'étude, par exemple, de fractures induites par une contrainte dans un matériau. Mais elle n'est pas une technique quantitative permettant de déterminer la valeur de la densité locale, et sa résolution spatiale est limitée par l'apparition de franges d'interférences qui permettent de visualiser les bords. C'est pourquoi une approche plus quantitative d'imagerie de phase et de tomographie a été développée. Celle-ci est basée sur la combinaison d'enregistrements microtomographiques pour différentes distances échantillon/détecteur. Un algorithme adapté permet la reconstruction de la phase. En combinaison avec la tomographie, la quantité reconstruite est la densité électronique. Par conséquent, la densité du matériau en chaque point de l'échantillon peut être connue. La plus haute fréquence spatiale accessible dépend de la résolution du détecteur. Cette procédure, qui combine cartographie quantitative de la phase et tomographie a été appelé « holotomographie » [4]. Elle permet une meilleure caractérisation d'un matériau à l'échelle du micron par une approche beaucoup plus sensible que celle fournie par du contraste d'absorption.

Un domaine où l'holotomographie a donné très récemment des résultats spectaculaires est la paléontologie. Ainsi, en appliquant cette technique sur un crâne de poisson fossile âgé de 300 millions d'années et provenant du Kansas, l'holotomographie appliquée avec une taille de pixel de 7.5 microns et 1m de propagation à 60 keV a permis de révéler en 3D ce qui reste à ce jour le seul exemple connu de cerveau fossile [5]. Cette structure, à peine visible sur les images d'origine en absorption, est apparue dans les moindres détails sur celles en holotomographie (Figure 5). Cette application a été la première sur un objet dense de cette taille (un nodule en phosphate et carbonate de calcium de 4 cm), et a donc démontré la puissance des nouveaux algorithmes adaptés pour la reconstruction de phase sur les objets absorbants [6].

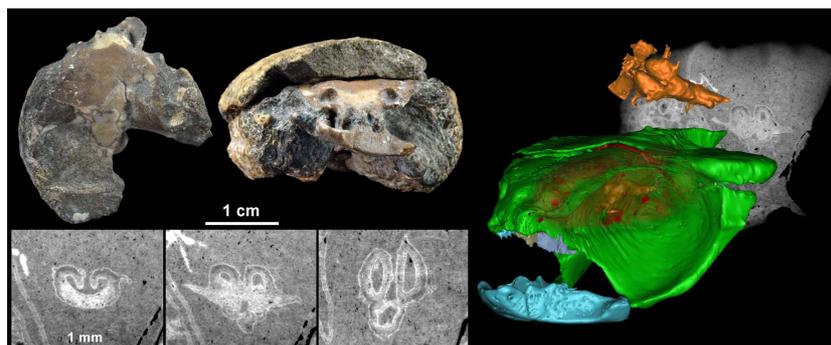


Figure 5 : Imagerie du seul cerveau fossile connu au monde. Il a été découvert sur ID19 grâce à l'application de l'holotomographie à haute énergie sur objet absorbant. En haut à gauche : photos du nodule phosphatique contenant le crâne de poisson chimeroïde. En bas à gauche: coupes orthogonales holotomographiques à travers le cerveau fossilisé. A droite : rendu 3D du crâne (vert), de la mandibule (bleu), de la cavité endocranienne (rouge), et du cerveau fossile (orange).

Microtomographie en faisceau rose

Un des développements très récents sur ID19 est la généralisation de la microtomographie (absorption, phase, et même holotomographie) en faisceau rose. Jusqu'à très récemment, toutes les expériences étaient effectuées en faisceau monochromatique, en utilisant soit un monochromateur Bragg si 111 à double cristaux, soit une multicouche. La monochromaticité permet d'éviter le durcissement de faisceau et de faire des analyses quantitatives tant en absorption qu'en phase. La polychromaticité des sources conventionnelles est, de fait, l'un de leurs plus gros défauts. La tomographie peut cependant s'accommoder d'un certain niveau de polychromaticité dès lors que la bande passante totale et l'énergie effective (ce que l'on mesure après absorption par l'échantillon par rapport au faisceau d'origine) sont suffisamment bien contrôlés. Sur ID19 nous disposons de trois types d'éléments d'insertion, un wiggler W150, deux onduleurs U32, et un onduleur U17.6. L'imagerie faisceau rose de haute qualité a commencé avec l'onduleur U17.6 car il délivre un faisceau rose à très faible bande passante autour de 17.6 keV. Cette source peut être utilisée directement sans monochromateur et permet d'obtenir de bien meilleurs résultats et beaucoup plus rapidement que l'équivalent en monochromatique. Elle est à présent utilisée pour toutes les expériences sur des petits objets, et peut même servir pour l'imagerie biomédicale. Suite à la très haute qualité des résultats obtenus ainsi, d'autres tests ont été menés avec les autres éléments d'insertion pour estimer leur potentiel en imagerie faisceau rose de haute qualité. Ainsi, après simulation des spectres des sources et plusieurs séries de tests sur différents objets (en particulier des fossiles), plusieurs configurations ont pu être utilisées pour obtenir des images de très haute qualité sans durcissement de faisceau apparent. Les U32 permettent de couvrir la gamme entre 20 et 65 keV et le wiggler permet de couvrir la gamme 50-230 keV avec une bande passante relativement plus large, mais une très bonne cohérence. La qualité du spectre est déterminée par le gap de l'élément d'insertion, et par les éléments utilisés pour filtrer le faisceau. On peut ainsi obtenir des bandes passantes relativement faibles, qui permettent de faire des acquisitions rapides de très bonne qualité, sans durcissement de faisceau apparent, et permettant même dans certains cas les reconstructions holotomographiques. Les applications principales sont à ce jour la paléontologie (70% des tests entre 5 et 30 microns sont réalisés en faisceau rose avec du contraste de phase de propagation) et les sciences des matériaux. L'exemple ci-dessous est une mousse de carbone densifiée au SiC (Figure 6). Les radiographies ont été enregistrées en 10 minutes à 5.06 microns de taille de pixels en demi-acquisition (coupes de 3000 pixels) avec la dynamique totale du détecteur dans le cadre des activités industrielles d'ID19. Le même enregistrement en monochromatique aurait pris environ une heure et demie pour des résultats équivalents, voire de moins bonne qualité. En effet, l'un des avantages du faisceau rose est la parfaite stabilité du faisceau. Comme il n'y a pas d'optique dans le faisceau, il n'y a pas de dérive au cours du temps, et il y a donc beaucoup moins de rings artéfacts, et on peut se contenter de références (images de blanc) au début et en fin d'acquisition.

L'imagerie en faisceau rose n'est évidemment pas applicable quand la dose est un aspect crucial ou que l'on veut obtenir des informations quantitatives sur l'absorption. En revanche, elle est applicable dans de nombreux cas, et permet d'obtenir des données de haute qualité en très peu de temps.

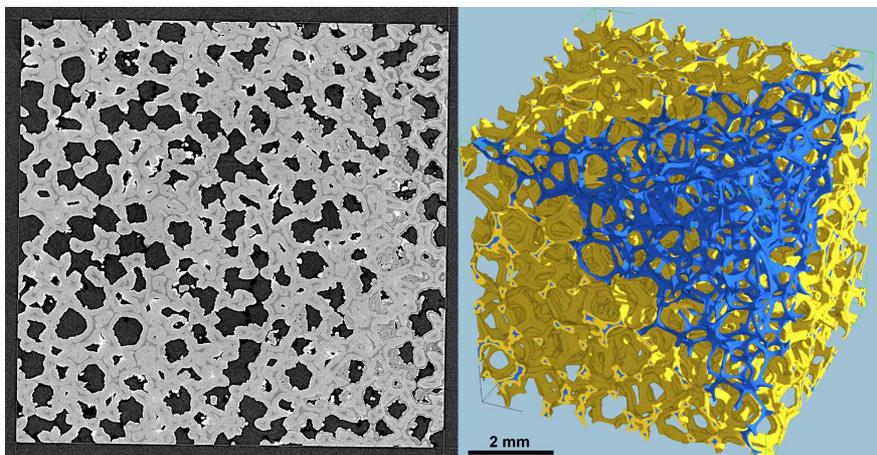


Figure 6 : Exemple d'imagerie en faisceau rose à 5.06 microns en demi-acquisition sur une mousse de carbone densifiée au SiC. La source était un onduleur U32 fermé à 27 mm et filtrée par 2 mm d'aluminium,

0.25 mm de cuivre et une solution de iodure de potassium équivalente à 0.4mm. Cette combinaison donne un pic principal à 29.9 keV pour une énergie effective à 31 keV (Collaboration avec Denis Rochais, CEA).

Tomographie en contraste de diffraction

La tomographie en contraste de diffraction (DCT pour Diffraction Contrast Tomography [7]) combine les concepts de l'imagerie par diffraction (topographie) et de la microtomographie à rayonnement X synchrotron pour accéder à la microstructure 3D cristalline de matériaux polycristallins. Cette variante de la microtomographie utilise le même dispositif expérimental, à la différence près que (i) le détecteur couvre une zone 3 à 5 fois plus large que la partie illuminée par le faisceau, (ii) l'illumination se fait par un faisceau monochromatique de faible bande passante (Si double cristal monochromateur), (iii) un nombre plus important d'images est acquis lors d'une rotation continué sur 360 degrés (typiquement 3000-7000 images).

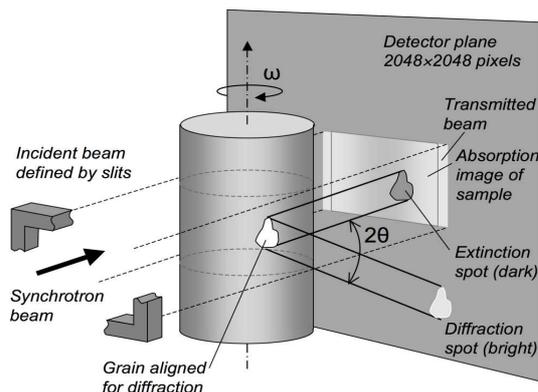


Figure 7 : Dispositif expérimental utilisé en DCT. Lors d'une acquisition DCT, l'image d'absorption et les taches de diffraction sont enregistrées sur le même détecteur

L'analyse de la forme et de la position des taches de diffraction, enregistrées en même temps que les images d'absorption, permet de remonter

- à la forme tridimensionnelle des grains (résolution actuelle : 3 μm)
- à l'orientation cristallographique des grains (< 0.1 degrés)
- au tenseur de contraintes élastique des grains (résolution: 5×10^{-4})

Dans son état actuel, la technique s'applique à des matériaux monophasés caractérisés par (i) une faible variation de l'orientation à l'intérieur des grains et (ii) une taille de grains supérieure à 10-20 μm . A titre d'exemple, ce genre de microstructure peut être obtenu après le processus de la recristallisation dans la plupart des métaux.

Pour illustrer les possibilités de cette technique, la figure 8 montre le résultat d'une caractérisation successive par (1) tomographie en contraste de diffraction (microstructure dans l'état initial avant endommagement) et (2) tomographie en contraste de phase (forme tridimensionnelle de la fissure de fatigue après sollicitation mécanique [8]).

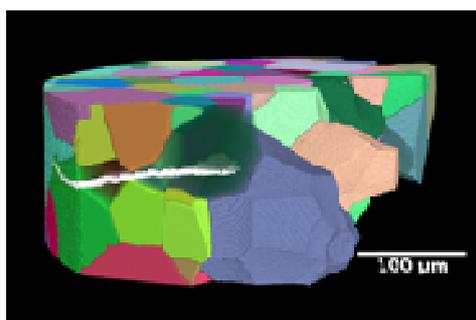


Figure 8: Combinaison d'une reconstruction DCT (couleur, avant endommagement) avec l'image d'une fissure de fatigue (blanc) observé par imagerie en contraste de phase dans le même échantillon, après essai de fatigue.

Laminographie

Pour les échantillons de type plan, la microtomographie montre ses limites. En effet, plus la résolution que l'on veut atteindre est élevée et plus la taille de l'échantillon à observer est petite. Avec du rayonnement synchrotron et en géométrie parallèle, c'est la taille de pixel qui fixe la résolution. Pour étudier

du papier, un fossile plat, un wafer en microélectronique ou un tableau de maître, il n'est pas toujours évident d'en prélever un mm², même si la technique est non destructive.

Ainsi pour ce type d'échantillons, la technique de la laminographie a été envisagée et mise au point. Cela consiste à incliner l'axe de rotation, généralement vertical sur ID19, d'un angle de 30°, afin de pouvoir imager, en 3 dimensions, l'épaisseur d'un échantillon plan. L'algorithme de reconstruction a bien entendu été adapté à cette nouvelle géométrie.



Figure 9 : Photo du laminographe disponible sur ID19, développé par une équipe du synchrotron allemand ANKA.

Interférométrie

Parmi les méthodes en cours de développement à ID19, l'interférométrie Talbot, ou interférométrie à réseaux (X-ray grating interferometry) [9] donne accès à trois modalités d'imagerie en même temps : contraste d'absorption, contraste de phase à très haute sensibilité [10], et contraste de diffusion ("dark-field imaging") [11]. Ce dernier peut être utilisé pour identifier des structures dans l'échantillon qui montrent une forte diffusion à petits angles. Il est également possible d'obtenir une carte de la direction dominante de la diffusion dans l'échantillon ("directional dark-field imaging") [12]. Cette nouvelle méthode a un potentiel pour l'étude de matériaux composites, par exemple renforcés par des fibres.



Figure 10: A gauche, principe d'un interféromètre Talbot [9]. L'objet étudié (bleu clair) est placé en amont d'un assemblage de deux réseaux ; le détecteur est placé derrière le deuxième réseau. A droite, image volumique d'un cervelet humain obtenu en contraste de phase interférométrique sur ID19 [10].

Nanotomographie

Un projet de nanotomographie a été développé sur la ligne ID22NI. La résolution du détecteur étant le facteur limitant pour atteindre les très hautes résolutions en géométrie parallèle, le passage à une géométrie conique a été réalisé. Ainsi, une optique spécifique (dispositif de Kirkpatrick-Baez) permet de focaliser le faisceau pour atteindre un spot monochromatique de 80 nm. Les distances spot-échantillon-détecteur permettent alors de jouer sur la résolution et le champ de vue par un effet de projection. L'échantillon est placé un peu après ce spot permettant d'atteindre une taille de voxel de 25 à 400 nm. Des expériences couplant l'imagerie et la fluorescence aux rayons X peuvent être réalisées [13].

Conclusions et perspectives

Les techniques d'imagerie synchrotron développées à l'ESRF sont des outils de choix pour obtenir de l'information tridimensionnelle sur une large variété de matériaux et ainsi répondre à des problématiques

diverses. La microtomographie en absorption et en phase, à haute énergie et à haute vitesse d'acquisition, la nanotomographie, la laminographie, la tomographie en contraste de diffraction, l'interférométrie, autant de techniques en constantes améliorations au service de groupes de scientifiques du monde entier et des industriels.

L'utilisation des synchrotrons modernes, de type troisième génération comme l'ESRF, ouvre de nouvelles possibilités. Les caractéristiques les plus importantes, du point de vue de l'imagerie sont d'une part, le choix de l'énergie des photons (typiquement entre 7 et 60 keV sur la ligne ID19 en monochromatique, ou jusqu'à 230 keV en faisceau rose, mais aussi jusqu'à 200 keV sur la ligne ID15, dédiée aux hautes énergies), la possibilité d'analyses quantitatives grâce à un faisceau monochromatique et parallèle et la résolution sans cesse augmentée, maintenant bien en-dessous du micron. Ces spécificités sont bien adaptées pour réaliser des expériences in-situ, où l'échantillon, dans un environnement choisi, est imagé en fonction de paramètres extérieurs, introduisant ainsi une quatrième dimension.

Après 14 ans de fonctionnement, l'évolution à la fois des techniques et des applications amène à repenser le design général de la ligne. Ceci s'inscrit dans un programme d'« upgrade » beaucoup plus global de l'ESRF. En effet, en 2008, le conseil de l'ESRF a lancé le « ESRF Upgrade Programme 2009-2018 », un ambitieux projet sur 10 ans pour servir les besoins d'une communauté de plus de 10 000 scientifiques. Le financement de la première phase (de 2009 à 2015) a été accepté pour :

- * construire 8 nouvelles lignes de lumières avec des capacités uniques au monde (notamment ID16, la nouvelle ligne des développements de ID22NI)
- * rénover la plupart des lignes existantes pour les maintenir au top niveau mondial
- * continuer à délivrer un faisceau X stable et brillant
- * proposer de nouveaux développements spécifiques à l'instrumentation synchrotron

Remerciements

Les auteurs souhaitent remercier Jean-Paul Valade, Pascal Bernard, Alejandro Homs et Alessandro Mirone pour leurs compétences respectives en mécanique et en informatique, contribuant de manière constante à l'amélioration de la ligne de lumière ID19.

Références:

- [1] S. Terzi, L. Salvo, M. Suéry, N. Limodin, J. Adrien, E. Maire, Y. Pannier, M. Bornert, D. Bernard, M. Felberbaum, M. Rappaz, E. Boller, « *In situ X-ray tomography observation of inhomogeneous deformation in semi-solid aluminium alloys* », *Scripta Mater.* 61 p.449–452, 2009
- [2] M.Suéry, J. Adrien, C. Landron, S. Terzi, E. Maire, L. Salvo, J.J.Blandin, *Int. J. Metal Research*, accepted, to be published
- [3] Cloetens P., Ludwig W., Baruchel J., Guigay J.P., Rejmankova-Pernot P., Salomé-Pateyron M., Schlenker M., Buffière J.Y., Maire E., Peix G., “*Hard X-ray phase imaging using simple propagation of a coherent synchrotron radiation beam*”, *J. Phys. D: Appl. Phys.*32, A145-A151, 1999
- [4] Cloetens P., Ludwig W., Baruchel J., Van Dyck D., Van Landuyt J., Guigay J.P., Schlenker M., “*Holotomography: quantitative phase tomography with micrometer resolution using hard synchrotron radiation X-rays*”, *Appl. Phys. Lett.*, 75, 2912-2914, 1999
- [5] Pradel A., Langer M., Maisey J., Geffard-Kuriyama D., Cloetens P., Janvier P. and Tafforeau P., 2009. *Skull and brain of a 300 million-year-old chimaeroid fish revealed by synchrotron holotomography*. *PNAS*, 106(13) :5224-5228
- [6] Guigay, P., Langer, M., Boistel, R. & Cloetens, P. *Mixed transfer function and transport of intensity approach for phase retrieval in the Fresnel region*. /*Opt. Lett.* *32*, 1617-1619 (2007).
- [7] W. Ludwig, P. Reischig, A. King, M. Herbig, E. M. Lauridsen, G. Johnson, T. J. Marrow, and J. Y. Buffière. *Three-dimensional grain mapping by X-ray diffraction contrast tomography and the use of Friedel pairs in diffraction data analysis*. *Review of Scientific Instruments*, 80(3):033905–9 (2009).
- [8] M. Herbig, A. King, P. Reischig, H. Proudhon, E. Lauridsen, J. Marrow, J. Buffière, and W. Ludwig. *Combination of diffraction and phase contrast X-ray tomography to study 3D growth of a short fatigue crack within a polycrystalline microstructure*. *Acta Materialia* (submitted).
- [9] T. Weitkamp, A. Diaz, C. David, F. Pfeiffer, M. Stamparoni, P. Cloetens and E. Ziegler, *Opt. Express* 13, 6296-6304, 2005
- [10] G. Schulz, T. Weitkamp, I. Zanette, F. Pfeiffer, F. Beckmann, C. David, S. Rutishauser, E. Reznikova and B. Müller, *J. Roy. Soc. Interface*, accepted.
- [11] F. Pfeiffer, M. Bech, O. Bunk, P. Kraft, E. F. Eikenberry, C. Brönnimann, C. Grünzweig and C. David, *Nat. Mater.* 7,134-137, 2008.
- [12] T. Jensen et al., submitted.
- [13] G. Requena et al., *Sub-micrometer synchrotron tomography of multiphase metals using Kirkpatrick-Baez optics* *Scripta Materialia* 61, 760–763, 2009