



[La microstructure 3D des matériaux polycristallins vue sous la lumière synchrotron]

Wolfgang Ludwig, Andrew King, Michael Herbig, Peter Reischig, J. Marrow, L. Babout, Henry Proudhon, Jean-Yves Buffiere

► To cite this version:

Wolfgang Ludwig, Andrew King, Michael Herbig, Peter Reischig, J. Marrow, et al.. [La microstructure 3D des matériaux polycristallins vue sous la lumière synchrotron]. *L'Actualité Chimique*, 2011, 356-357, pp.62-67. hal-00646677

HAL Id: hal-00646677

<https://hal.science/hal-00646677>

Submitted on 30 Nov 2011

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.

Wolfgang Ludwig

Chargé de recherche

Université de Lyon, INSA de Lyon, MATEIS, UMR 5510 CNRS

current address:

European Synchrotron Radiation Facility

6 rue J. Horowitz

38043 Grenoble

France

Tel: +33 476882973

Fax: +33 476882252

ludwig@esrf.fr

Andrew King

Beamline scientist

European Synchrotron Radiation Facility

6 rue J. Horowitz

38043 Grenoble

France

Tel: +33 476882423

Fax: +33 476882707

aking@esrf.fr

Peter Reischig

PhD student

European Synchrotron Radiation Facility

6 rue J. Horowitz

38043 Grenoble

France

reischig@esrf.fr

Michael Herbig

PhD student

Université de Lyon, INSA-Lyon

MATEIS CNRS UMR 5510

LyonTech Campus

Bat Saint Exupery

25 Av. Jean Capelle

F-69621 Villeurbanne Cedex

Tel +33 4 72 43 88 54

Fax +33 4 72 43 85 39

herbig@insa-lyon.fr

James Marrow

Professor

Mansfield College

Oxford Martin School

Email: james.marrow@materials.ox.ac.uk

Tel: 07540 722660 (mobile)

Tel: +44 1865 273938 (Room 110.10.18)

Fax: +44 1865 273789 (general fax)

Laurent Babout

Lecturer in Computer Science
Computer Engineering Dept.
Technical University of Lodz
ul. Stefanowskiego 18/22
90-537 Łódź
Poland
Tel: (+48) 42 631-27-50
fax: (+48) 42 631-27-55
lbabout@kis.p.lodz.pl

Erik Mejdal Lauridsen

Scientist
Materials Research Department
Risø National Laboratory for Sustainable Energy
Technical University of Denmark – DTU
Building 228, P.O. Box 49 DK-4000 Roskilde, Denmark
Tel +45 4677 5700
Fax +45 4677 5758
erik.mejdal@risoe.dk

Jean-Yves Buffiere

Professor
Université de Lyon, INSA-Lyon
MATEIS CNRS UMR 5510
LyonTech Campus
Bat Saint Exupery
25 Av. Jean Capelle
F-69621 Villeurbanne Cedex
Tel +33 4 72 43 88 54
Fax +33 4 72 43 85 39

Henry Proudhon

Chargé de recherche
Centre des Matériaux
MINES, ParisTech
CNRS UMR 7633
BP 87
F-91003 Evry cedex, FRANCE
Tel: +33 160763070
henry.proudhon@mines-paristech.fr

La microstructure tridimensionnelle des matériaux polycristallins vue sous la lumière synchrotron

The three-dimensional microstructure of polycrystalline materials unravelled by synchrotron light

W. Ludwig^{1,2}, A. King^{3,4}, M. Herbig¹, P. Reischig², J. Marrow³, L. Babout⁵,
H. Proudhon⁷, J.Y. Buffière¹

- 1) Université de Lyon, INSA-Lyon, MATEIS CNRS UMR 5510, 69621 Villeurbanne, France
- 2) European Synchrotron Radiation Facility, BP220, 38043 Grenoble, France
- 3) School of Materials, University of Manchester, Manchester, M13 9PL, UK
- 4) GKSS research centre, Max-Planck-Str 1, 21502 Geesthacht, Germany
- 5) Computer Engineering Department, Technical University of Lodz, 90-924 Łódź, Poland
- 6) Institute for Sustainable Energy, Denmark Technical University, DK-4000 Roskilde, Denmark
- 7) MINES ParisTech, Centre des matériaux, CNRS UMR 7633, BP 87, 91003 Evry Cedex, France

mots-clés: microtomographie, rayonnement synchrotron, tomographie par contraste de diffraction, 3D, microstructure cristalline

keywords: microtomography, synchrotron radiation, diffraction contrast tomography, 3D, grain microstructure

Résumé

Les techniques d'imagerie et de diffraction au rayonnement synchrotron offrent de nouvelles possibilités pour la caractérisation tridimensionnelle et non destructive des matériaux polycristallins. De faibles variations de densité électronique (phases secondaires, fissures, porosités) peuvent être détectées grâce à des modes d'imagerie qui exploitent la diffraction de Fresnel ainsi que la cohérence des faisceaux issus des sources synchrotron de troisième génération. La tomographie par contraste de diffraction, autre technique d'imagerie tridimensionnelle basée sur la diffraction de Bragg, donne accès à la forme, orientation et l'état de déformation élastique des grains dans des volumes polycristallins contenant jusqu'à mille grains. La combinaison de ces deux modes d'imagerie permet de caractériser des matériaux polycristallins à l'échelle du micron. Des observations répétées lors d'essais mécaniques (interrompus) permettent d'analyser le rôle de la cristallographie locale sur les mécanismes de déformation et de dégradation dans des matériaux polycristallins, respectant certaines conditions sur la taille de grains, et/ou leur état de déformation.

Abstract

Synchrotron radiation X-ray imaging and diffraction techniques offer new possibilities for non-destructive bulk characterization of polycrystalline materials. Minute changes in electron density (different crystallographic phases, cracks, porosities) can be detected using 3D imaging modes exploiting Fresnel diffraction and the coherence properties of third generation synchrotron beams. X-ray diffraction contrast tomography, a technique based on Bragg diffraction imaging, provides access to the 3D shape, orientation and elastic strain state of the individual grains from polycrystalline sample volumes containing several hundreds up to a few thousand grains. Combining both imaging modalities one obtains a comprehensive description of the microstructure of the material at the micrometer length scale. Repeated observations during (interrupted) mechanical tests provide unprecedented

insight into crystallographic and grain microstructure related aspects of polycrystal deformation and degradation mechanisms in materials fulfilling some conditions on grain size and deformation state.

Introduction

Dans le présent article nous passons en revue différentes techniques d'imagerie et de diffraction des rayons X durs pour la caractérisation tridimensionnelle des matériaux polycristallins. Par rapport aux méthodes de caractérisation classiques (e.g. métallographie, microscopie électronique, diffraction de neutrons, etc..) les techniques basées sur le rayonnement synchrotron ont l'avantage de présenter un fort pouvoir de pénétration qui, combiné avec l'intensité des faisceaux fournis par les sources synchrotron de troisième génération offrent la possibilité d'effectuer des études 'in-situ' en récoltant l'information provenant du volume d'éprouvettes de taille millimétrique. Contrairement aux électrons (excellente résolution spatiale mais faible volume d'analyse) ou aux neutrons (pouvoir de pénétration encore plus important mais faible résolution spatiale), les méthodes d'imagerie et diffraction X décrites dans le présent article offrent une résolution spatiale de l'ordre du micron, pertinente pour la description de la microstructure granulaire et cristalline de la plupart des métaux et de certaines céramiques.

L'accès à la troisième dimension est basé, pour la plupart des techniques non destructives, sur les principes de reconstruction d'images à partir de projections (tomographie) [1]. Selon les caractéristiques de l'échantillon étudié (taille de grains, état de déformation) et la nature de l'information recherchée différentes techniques telles que l'imagerie par contraste d'absorption ou de phase, la diffraction polychromatique, la diffraction monochromatique ou des combinaisons de ces techniques se prêtent à la caractérisation de la microstructure d'un matériau polycristallin.

Par exemple, la tomographie en mode de diffraction monochromatique [2], et la diffraction polychromatique [3]) permettent d'analyser de matériaux mono-et multi phases à petit grains. Dans les deux cas, une procédure de balayage 3D fournit la distribution de phases [2] ou une cartographie de l'orientation et de l'état de déformation dans le matériau [3]. Avec des sondes X pouvant atteindre les 100-200 nm, ces techniques fournissent une bonne résolution spatiale, au détriment de la résolution temporelle (à titre d'exemple, le balayage d'un volume de 100^3 points à une fréquence de 10 Hz requiert 27 heures).

Dans le présent article nous décrivons plus en détail une approche complémentaire, "tomographie par contraste de diffraction" ou DCT [4], qui combine les principes de l'imagerie tridimensionnelle et de la diffraction monochromatique pour remonter à la microstructure de matériaux polycristallins. Avant d'illustrer le principe et applications de la DCT, nous passons en revue brièvement les principales variantes de la microtomographie au rayonnement synchrotron, techniques partageant le même dispositif expérimental et se prêtant donc à une combinaison relativement aisée avec la DCT.

- ***La microtomographie au rayonnement synchrotron***

Les variantes les plus répandues de l'imagerie tridimensionnelle en champ plein¹ sont l'imagerie en contraste d'absorption (classique, disponible également avec les sources de rayons X de laboratoire) et l'imagerie en contraste de phase qui utilise la cohérence spatiale des faisceaux fournis par les sources synchrotron de troisième génération.

Bien que ces techniques d'imagerie ne donnent accès ni à l'orientation des grains ni à leur forme dans un matériau monphasé, elles permettent de visualiser la répartition tridimensionnelle des phases dans le cas de matériaux *multiphasés*. Le développement de l'imagerie cohérente, (tomographie en contraste de phase [5], holotomographie [6]), a permis d'élargir le champ d'application de la microtomographie aux matériaux comportant des phases très proches en terme d'absorption (numéros atomiques similaires) ainsi qu'à la détection de défauts de plus en plus petits (porosités, inclusions, fissures, délaminations, etc...). Le gain de sensibilité en passant de l'imagerie absorption vers l'imagerie cohérente est illustré dans la figure 1 pour un acier avec une microstructure biphasé austéno-ferritique. La différence en composition entre la phase austénitique (cfc) et ferritique (cc) n'est pas suffisante pour une discrimination en contraste d'absorption (Figure 1a). Par contre, si la distance entre l'échantillon et le détecteur est augmentée, les effets de la diffraction Fresnel rendent les interfaces entre les deux phases visibles (Figure 1b). Cependant, comme les valeurs de niveau de gris au centre des domaines sont très proches, la segmentation et l'analyse quantitative dans ce régime ('détection de bord') posent encore problème. L'acquisition de 4 scans à différentes distances de propagation permet de résoudre ce problème en déterminant de manière quantitative le déphasage introduit par l'échantillon [7]. Le résultat de la reconstruction (Figure 1c), est la distribution tridimensionnelle du décrément de la partie réelle de l'index de réfraction complexe ($n=1-\delta+i\beta$); cette quantité est proportionnelle à la densité d'électrons et, dans le présent cas, elle est supérieure au coefficient d'absorption β de deux ordres de grandeurs.

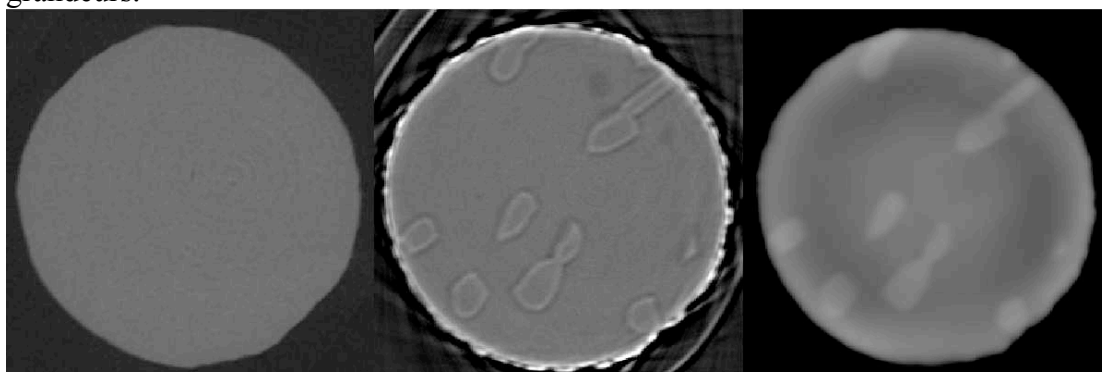


Figure 1. Reconstruction tomographique d'un acier austéno-ferritique par différentes approches: a) absorption ($D=6\text{mm}$); b) contraste de phase ($D=270\text{mm}$); c) holotomographie ($D=6, 48, 94, 270\text{mm}$)

Avec des temps d'acquisition allant de quelques dizaines de minutes à la seconde (selon les conditions d'acquisition) et avec une résolution spatiale de l'ordre du micromètre, la microtomographie synchrotron se prête idéalement à de multiples applications en science des matériaux [8].

¹ A l'instar de la terminologie utilisée en microscopie électronique, on distingue le mode d'imagerie en champ plein du mode balayage utilisant une sonde focalisée de rayonnement.

La tomographie par contraste de diffraction (DCT)

La micro tomographie par contraste de diffraction (DCT) est une technique d'imagerie synchrotron permettant de visualiser *simultanément* la microstructure visible en mode d'absorption (e.g. les différentes phases présentes) et la microstructure cristalline (taille, forme et orientation des grains) d'un matériau polycristallin. Réunissant les principes de la reconstruction d'image à partir des projections (tomographie) et de l'imagerie par diffraction X (topographie [9], 3DXRD [10]), cette technique donne accès à l'orientation (valeur moyenne par grain) et à la forme 3D des grains au sein des matériaux polycristallins, avec des limites liées à l'état de déformation du matériau. L'illumination par un faisceau monochromatique étendu (2D) réduit la procédure d'acquisition à une rotation autour d'un axe et se traduit par des temps d'acquisition de l'ordre d'une heure pour des volumes pouvant typiquement contenir entre cent et mille grains.

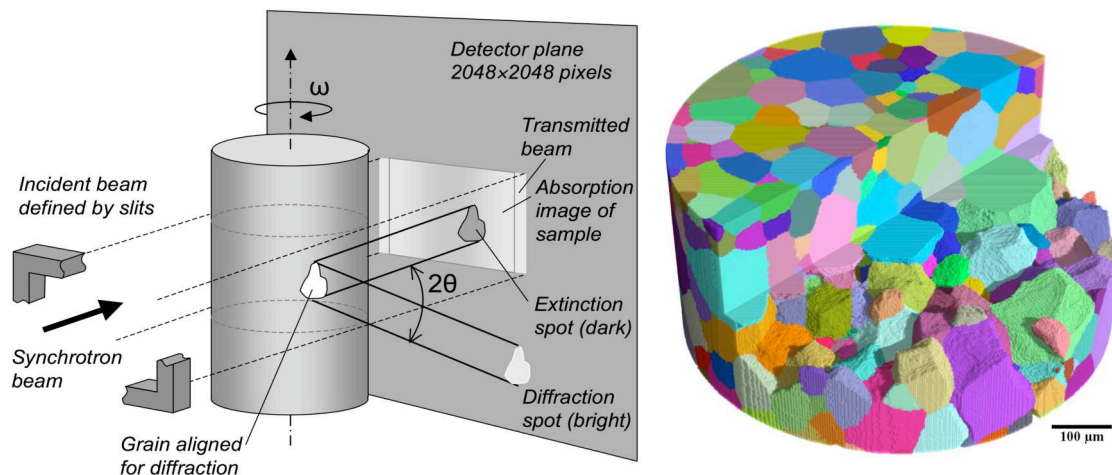


Figure 1. a) Principe de la tomographie par contraste de diffraction. Lors de la rotation chaque grain donne lieu à une série de taches de diffraction. La position et la forme de ces taches permettent de remonter à la forme 3D ainsi qu'à l'orientation des grains. L'image d'absorption au centre du détecteur permet de reconstruire la distribution 3D du coefficient d'atténuation dans l'échantillon. b) reconstruction tridimensionnelle d'un polycristal de titane, obtenu par DCT [4].

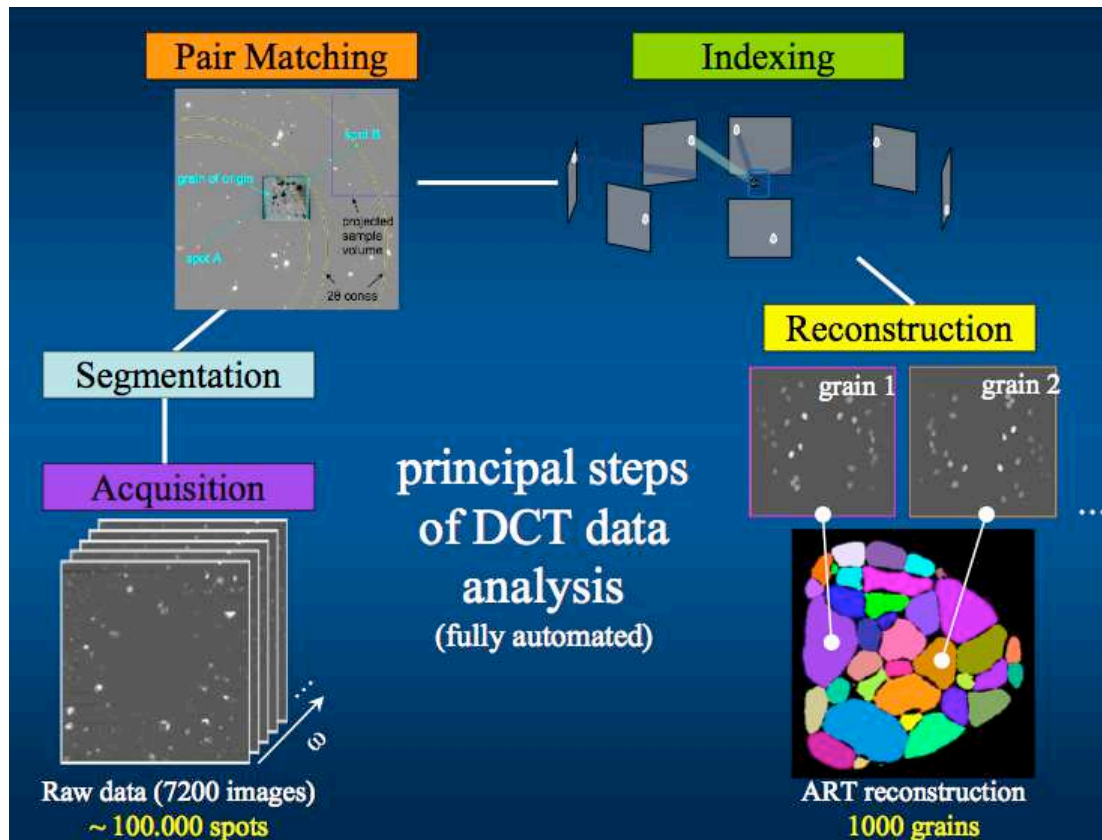


Figure 2 Représentation schématique des principales étapes de l'analyse d'un scan DCT. Lors de la rotation de l'échantillon sur 360 degrés plusieurs milliers d'images contenant typiquement 10^4 - 10^5 taches de diffraction sont enregistrées sur un détecteur à haute résolution spatiale. Après segmentation et stockage dans une base de données, des paires symétriques de taches (hkl et $-h-k-l$) sont identifiées. Lors de l'étape d'indexation les paires appartenant au même grain sont identifiées, ce qui donne accès à l'orientation, à la position et au tenseur de déformation élastique du grain. La forme tridimensionnelle du grain est obtenue par reconstruction tomographique à partir des taches de diffraction qui peuvent être considérées comme des projections bi-dimensionnelles du grain. L'assemblage des reconstructions individuelles donne finalement accès à la microstructure tridimensionnelle du polycristal.

La figure 2 montre les principales étapes de l'analyse de données pour le cas de la tomographie par contraste de diffraction (voir [4] pour une description détaillée).

Dans la suite de cet article, nous allons illustrer les possibilités apportées par la combinaison de ces différents modes d'imagerie et de diffraction pour l'étude des mécanismes de déformation et de dégradation dans les matériaux métalliques

Applications d'une approche combinée: imagerie et diffraction tridimensionnelle

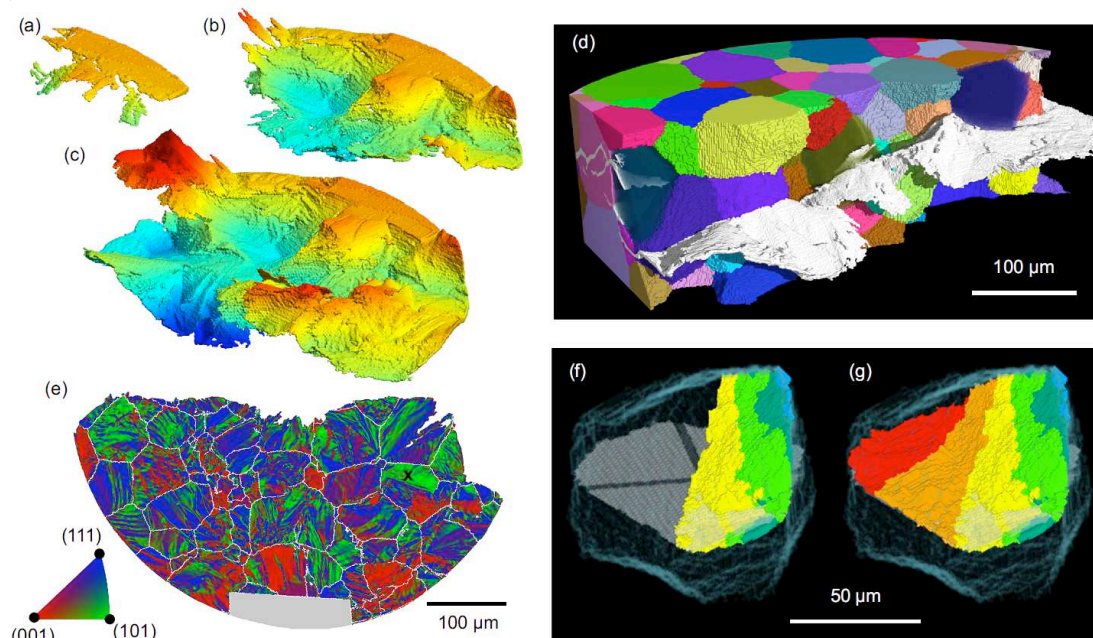
Le comportement d'un polycristal monophasé soumis à une déformation mécanique, à un traitement thermique ou encore à des environnements chimiques agressifs est fortement influencé par l'arrangement des grains dans le matériau. Dans le premier cas, l'anisotropie élastique et plastique des différents grains du matériau conduisent à des concentrations de contraintes lors du chargement. Ces concentrations conduisent à

une localisation de l'endommagement, qui dans le cas de sollicitations cycliques ('fatigue') peuvent provoquer la ruine progressive et prématurée du matériau à des niveaux de charges bien inférieurs à leur tenue théorique dans le domaine élastique. L'étude des premiers stades de propagation d'une fissure de fatigue est traité dans le premier exemple ci-dessous.

Dans certains cas, des effets d'environnement peuvent se superposer aux effets mécaniques. Ces effets d'environnement sont généralement intimement liés aux propriétés physico-chimiques des joints de grains présents dans le matériau ainsi qu'à leur énergie surfacique. Celle-ci dépend de paramètres macroscopiques, comme la désorientation entre grains et l'orientation de l'interface (accessibles par DCT). La corrosion sous contrainte est un exemple d'une telle interaction complexe: certains matériaux, soumis à un chargement mécanique et en contact avec un environnement corrosif montrent un mode d'endommagement localisé aux joints de grains. L'apport de la DCT pour étudier ce type de phénomènes est illustré dans le deuxième exemple.

Exemple 1: propagation d'une fissure de fatigue courte dans un alliage de Ti

Lors des premiers stades de propagation d'une fissure de fatigue, les joints de grains constituent des obstacles à la propagation de l'endommagement car la désorientation entre grains induit une incompatibilité entre les systèmes de glissement qui assurent la propagation de la fissure [12]. Selon le cas, ceci se manifeste par un ralentissement, voir un arrêt de la fissure. Comme illustré dans la Figure 3, la combinaison de la microtomographie par contraste de diffraction (caractérisation de structure cristalline avant essai de fatigue) et de la microtomographie en contraste de phase (suivi de la propagation de la fissure en volume) permettent d'analyser les détails de la propagation d'une telle fissure courte au sein du matériau [11].



*Figure 3: a-c) rendus 3D d'une fissure de fatigue dans un alliage de titane beta (cc), observé par microtomographie en contraste de phase après 46, 61 et 75 * 10³ cycles de fatigue. La couleur représente la hauteur de la fissure au sein du bloc analysé. d) superposition de la microstructure cristalline obtenue par DCT avec la fissure de fatigue en blanc e) orientation de la normale à la surface de rupture dans le repère*

cristallographique local.. f,g) Détail de propagation dans un grain (reperé par une croix dans la Fig. 3e). Le plan de glissement (110) ainsi que les deux directions $\langle 111 \rangle$ sont indiquées en gris et noir, respectivement.

Les études menées à ce jour soulignent la forte influence de la cristallographie locale sur la propagation des fissures courtes. Des accélérations en cas de co-planarité avec des plans de glissement ainsi que des ralentissements et blocages à certains joints de grains ont été observés. Des analyses plus quantitatives, visant à incorporer la microstructure ainsi que les effets d'anisotropie élastique et plastique dans des calculs de type plasticité cristalline sont en cours (voir exemple figure 6).

Etude de la corrosion sous contrainte dans un acier inoxydable [13]

La corrosion intergranulaire sous contrainte (IGSCC) dans un acier inoxydable est un mécanisme d'endommagement qui se traduit par la propagation d'une fissure, du fait d'une sollicitation mécanique externe, le long de joints de grains qui ont été fragilisés localement par la présence d'un milieu corrosif. Dans ces aciers, cette fragilisation des joints de grains (JG) peut se produire du fait de la précipitation de carbure de chrome qui peut apparaître lors de traitements thermiques ou sous l'effet d'une irradiation [14,15]. Ce type de corrosion peut se révéler catastrophique s'il se développe dans des conduits de refroidissement de centrale nucléaire à eau légère [16]. La fragilité d'un JG est liée à sa géométrie 3D, mais aussi aux orientations cristallines des grains formant le joint, ainsi que le plan dudit joint. La méthode classique de caractérisation des JG, basée sur la théorie des réseaux de coïncidence (CSL), considère seulement l'orientation des grains [17]. En revanche, certains joints ont prouvé leur résistance à la IGSCC par la formation de joints non fracturés, appelés ponts, le long du cheminement de la fissure [18]. La résistance du matériau à la IGSCC est donc en partie liée aux réseaux 3D des JG, ce qui a déjà fait l'objet d'étude de modélisation [19].

Etant donné que la DCT permet d'obtenir une description complète des JG présents dans un échantillon polycristallin, et ceci de manière non destructive, ceci place cette technique comme un outil idéal pour étudier la IGSCC. Cette étude a été réalisée sur un acier inox 302 dont les JG ont été fragilisés thermiquement [13]. Dans un premier temps, l'éprouvette a été scannée par DCT, puis un protocole de chargement par traction monotone sous environnement corrosif (i.e. solution de $K_2S_4O_6$), entrecoupé de scans de microtomographie X a été réalisé in situ pour étudier le caractère tridimensionnel de la propagation de la fissure.

La corrélation entre tomogrammes et DCT permet d'isoler et de quantifier les joints fracturés, ainsi que ceux qui correspondent à des ponts de fissure, de l'ensemble de la population. La figure 4a présente une coupe longitudinale des JG reconstruits par DCT, sur laquelle le cheminement de la fissure a été superposé et les joints fracturés, ainsi que ceux qui correspondent aux ponts de fissure, sont mis en évidence selon un code de couleur associé aux scans correspondants. Les mêmes joints sont présentés dans la figure 4b selon la CSL, les joints avec forte coïncidence (faible Σ) étant mis en évidence. Cet exemple illustre le fait que la propagation de la fissure se produit essentiellement le long de JG à faible coïncidence. De plus, une comparaison entre les 2 figures suggère que certains ponts correspondent à des joints de macles (même s'ils présentent un haut Σ). Une visualisation des résultats en 3D est présentée dans la figure 5a sous la forme du faciès de rupture de l'échantillon reconstruit à l'aide des données DCT. Cette figure peut être comparée à la figure 5b qui présente, suivant les

mêmes codes de couleur de la figure 4a, l'évolution temporelle de la propagation de la fissure responsable de la rupture de l'échantillon, ainsi que les ponts qui ont été contournés par la fissure. Ces visualisations 3D représentent un complément d'information aux fractographies par MEB, du fait de l'information temporelle qu'elles contiennent. Des études plus quantitatives sur cet aspect sont en cours.

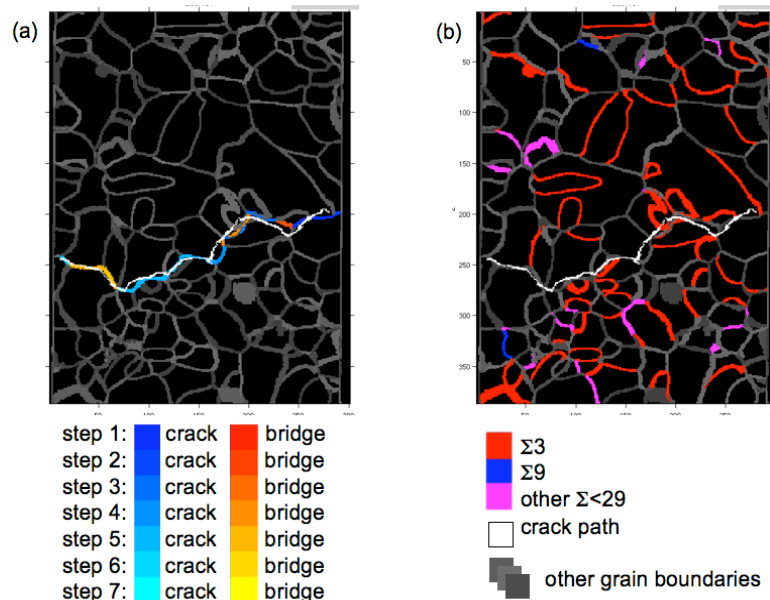


Figure 4: coupe 2D des JG de l'échantillon soumis à IGSCC ainsi que la fissure superposée (en blanc) (a) joints fracturés et ponts de fissure à différentes étapes du processus de dégradation, colorés en bleu et rouge, respectivement. (b) représentation des JG selon la méthode CSL.

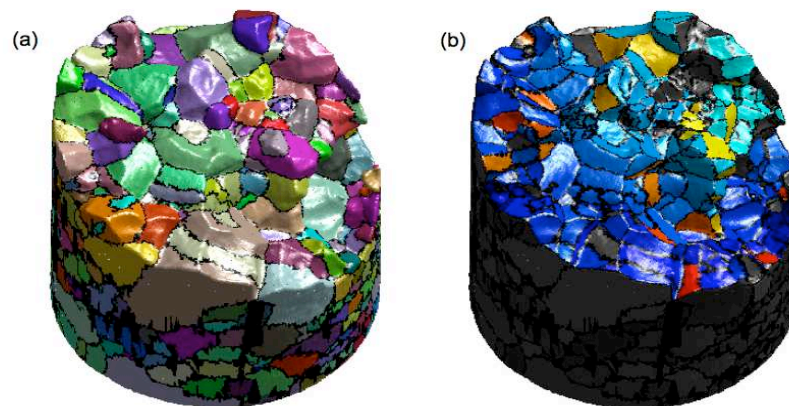


Figure 5: vue 3D d'une des moitiés de l'échantillon après IGSCC reconstruite à partir des données DCT. Surfaces sur le faciès colorées selon (a) les grains, (b) les joints fracturés et les ponts de fissures à chaque étape de la propagation de la fissure (idem figure 4a)

Perspectives

La simulation numérique utilisée à différents échelles (dynamique moléculaire, dynamique des dislocations, éléments finis) pour modéliser et comprendre les mécanismes mécaniques ou physico-chimiques mis en jeu dans les matériaux a clairement dépassé les possibilités d'observation expérimentale qui, dans la plupart de cas se heurtent à la difficulté d'accéder aux variables locales (i.e. composition, orientation et état de déformation) de la maille cristalline au sein d'un matériau. Cette caractérisation doit se faire de manière non destructive, condition indispensable pour toute observation de *l'évolution* de ces variables sous l'effet d'une sollicitation. De même il est préférable que les informations recueillies expérimentalement proviennent de l'intérieur du matériau plutôt que de la surface, où règne généralement un état de contrainte différent, et qui reste difficile à appréhender par un modèle uniquement 2D.

Disposant d'une description complète de la microstructure initiale, il devient alors possible de simuler l'expérience au plus près, en incorporant les effets de la cristallographie locale. Des telles comparaisons directes entre expérience et simulation commencent seulement à être réalisables du fait des outils et de la puissance de calcul nécessaires. Le calcul présenté sur la Figure 6c s'apparente à l'exemple 1 où l'on s'intéresse à la propagation d'une fissure courte dans un alliage de titane. On est ici capable de comparer quels systèmes de glissement sont activés en pointe de fissure dans les différents grains et de les comparer à l'expérience. Cela devrait permettre, à terme, d'identifier les mécanismes physiques en jeu et d'affiner les modèles théoriques sous-jacents (modèles de plasticité, d'homogénéisation des déformations par exemple). *In fine*, on peut espérer, qu'une telle approche puisse aider à l'élaboration de matériaux avec des microstructures optimisées pour une meilleure tenue en service dans des applications critiques (aviation, nucléaire, ...).

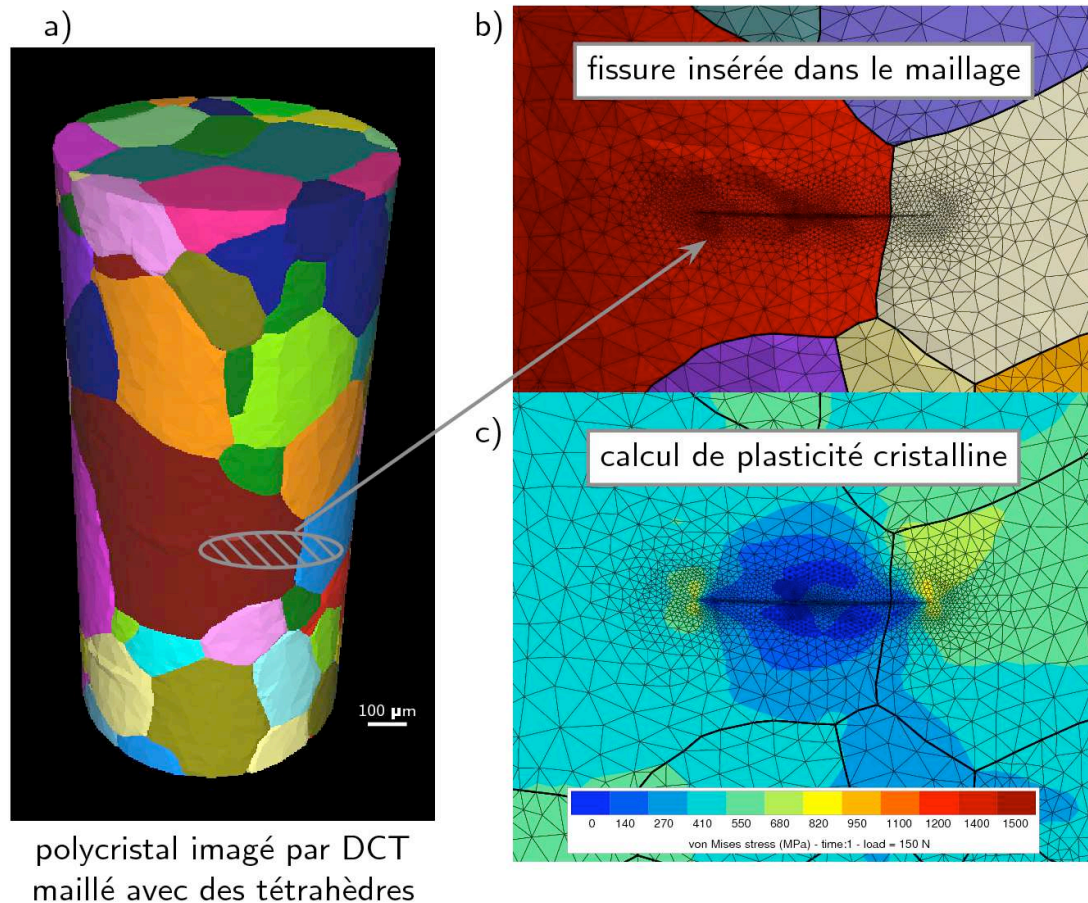


Figure 6: a) maillage 3D d'un polycrystal à partir d'un scan DCT. b) insertion d'une fissure semi elliptique avec affinage du maillage en proximité de fissure. c) distribution de contraintes (von Mises) déterminés par calcul éléments finis.

Conclusions

Le rayonnement synchrotron offre de nombreuses possibilités pour la caractérisation tridimensionnelle et non destructive des matériaux polycristallins. Selon le type d'information recherchée et les caractéristiques du matériau, notamment l'état de déformation et la taille de grains, l'utilisateur a le choix entre différents approches (diffraction polychromatique, diffraction monochromatique, acquisition par balayage ou par imagerie en champ plein...). Dans le présent article nous avons illustré le couplage de deux techniques (microtomographie par contraste de phase et par contraste de diffraction) qui utilisent les propriétés de cohérence (pour l'imagerie de phase), ainsi que la monochromaticité et l'intensité des faisceaux X fournis par les sources synchrotron de troisième génération. La résolution spatiale de ces techniques se situe à l'échelle du micromètre et permet de s'intéresser à des mécanismes physiques qui entrent en jeu, quand on soumet un matériau polycristallin à des sollicitations mécaniques, thermiques ou encore à des environnements chimiques corrosifs. Le suivi de l'évolution de la microstructure et/ou de l'endommagement lors des essais in-situ fournit des données inédites pour la comparaison avec des simulations numériques.

Remerciements

Les auteurs remercient l'ESRF et le personnel de lignes ID19 et ID11 pour l'allocation de temps de faisceau et le support lors des différentes campagnes d'expériences ainsi que les différentes fondations (Danish National Research Foundation, Engineering and Physical Sciences Research Council, UK, FP6-Marie Curie ToK-Dev) pour le support financier.

References

1. Kak A., Slaney M. Principles of Computerized Imaging. IEEE press, **1998**.
2. Bleuët P., Welcomme, E. Dooryhee E., Susini, J., Hodeau J.-L., Walter P., Probing the structure of heterogeneous diluted materials by diffraction tomography. *Nature Materials*, **2008**, p 468.
3. Larson B. C., Yang W., Ice G. E., Budai J. D., Tischler J. Z., Three-dimensional x-ray structural microscopy with submicrometre resolution, *Nature*, **2002**, 415, p. 887
4. Ludwig W., Reischig P., King A., Herbig M., Lauridsen E. M., Johnson G., Marrow T. J., Buffière J. Y.. Three-dimensional grain mapping by X-ray diffraction contrast tomography and the use of Friedel pairs in diffraction data analysis, *Review of Scientific Instruments*, **2009**, 80, p. 033905.
5. Cloetens P., Pateyron-Salomé M., Buffière J. Y., Peix G., Baruchel J., Peyrin F., Schlenker M., Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography *J. Appl. Phys.* **1997**, 81, p. 5878.
6. 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.*, **1999**, 75, p. 2912.
7. Guigay J. P., Langer M., Boistel R., Cloetens P., Mixed transfer function and transport of intensity approach for phase retrieval in the fresnel region. *Opt. Lett.*, **2007**, 32, p. 1617.
8. S. Stock, MicroComputed Tomography: Methodology and Applications CRC press, **2008**.
9. Tanner, B.K., X-ray Diffraction Topography, Pergamon Press, Oxford, **1976**.
10. Poulsen H. F.. Three-dimensional X-ray diffraction microscopy. Springer, **2004**.
11. Krupp U., Fatigue crack propagation in metals and alloys, Wiley-VCH, Weinheim, New York, **2007**.
12. Herbig M., King A., Reischig P., Buffière J.Y., Lauridsen E.M., Marrow T.J., Ludwig W., Combination of diffraction and phase contrast x-ray tomography to study 3D growth of a short fatigue crack within a polycrystalline microstructure, *Acta Mater.*, accepted
13. King A., Johnson G., Engelberg D., Ludwig W., Marrow J., Observations of intergranular stress corrosion cracking in a grain-mapped polycrystal, *Science*, **2008**, 321, p. 382.
14. Bruemmer S.M., Was G.S., Microstructural and microchemical mechanisms controlling intergranular stress corrosion cracking in light-water-reactor systems, *J. Nucl. Mater.*, **1994**, 216, p. 348.
15. Scott P.M., A review of irradiation assisted stress corrosion cracking, *J. Nucl. Mater.*, **1994**, 211 p. 101.
16. Scott P.M., Stress corrosion cracking in pressurized water reactors - interpretation, modeling, and remedies, *Corrosion*, **2000**, 56, p. 771.
17. Randle V., The role of the grain boundary plane in cubic polycrystals, *Acta Mater.*, **1998**, 46(5), p. 1459.
18. Babout L., Marrow T.J., Engelberg D., Withers P.J., X-ray microtomographic observation of intergranular stress corrosion cracking in sensitised austenitic stainless

- steel, *Mater. Sci. Technol.*, **2006**, 22, p. 1068.
19. Jivkov A.P., Stevens N.P.C., Marrow T.J., A three-dimensional computational model for intergranular cracking, *Comput. Mater. Sci.*, **2006**, 38, p. 442.