

THÈSE

Pour l'obtention du titre de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LORRAINE

Mention : « Sciences des matériaux »

Par

Clément ERNOULD

**Développement et application d'une méthode
à haute résolution angulaire pour la mesure des
gradients d'orientation et des déformations
élastiques par microscopie électronique à balayage.**

Soutenue publiquement le 15 décembre 2020 à Metz

Membres du jury :

Laurent CAPOLUNGO	Ph.D., Los Alamos National Laboratory	Rapporteur
Stéphane ROUX	Directeur de Recherche CNRS, Université Paris-Saclay	Rapporteur
Claire MAURICE	Chargée de Recherche CNRS, Mines Saint-Etienne	Examinatrice
Muriel VERON	Professeur, Université Grenoble Alpes	Examinatrice
Stefan ZAEFFERER	Ph.D., Max-Planck Institut für Eisenforschung	Examinateur
Emmanuel BOUZY	Professeur, Université de Lorraine	Directeur de thèse
Vincent TAUPIN	Chargé de Recherche CNRS, Université de Lorraine	Co-directeur
Benoît BEAUSIR	Maître de Conférence, Université de Lorraine	Co-directeur

Résumé

Développement et application d'une méthode à haute résolution angulaire pour la mesure des gradients d'orientation et des déformations élastiques par microscopie électronique à balayage.

La compréhension des mécanismes de déformation dans les matériaux cristallins passe par la caractérisation fine des microstructures. Dans le cadre de la microscopie électronique à balayage, la mesure précise des gradients d'orientation et des déformations élastiques du cristal est l'objectif des méthodes dites à haute résolution angulaire. Pour cela, elles emploient des techniques de corrélation d'images numériques afin de recalibrer les clichés de diffraction électronique.

Cette thèse propose une méthode de recalage originale. Le champ de déplacement à l'échelle du scintillateur est décrit par une homographie linéaire. Il s'agit d'une transformation géométrique largement utilisée en vision par ordinateur pour modéliser les projections. L'homographie entre deux clichés est mesurée à partir d'une grande et unique région d'intérêt en utilisant un algorithme de Gauss-Newton par composition inverse numériquement efficace. Une correction des distorsions optiques causées par les lentilles de la caméra lui est intégrée et sa convergence est assurée par un pré-recalage des clichés. Ce dernier repose sur des algorithmes de corrélation croisée globale basés sur les transformées de Fourier-Mellin et de Fourier. Il permet de rendre compte des rotations allant jusqu'à une dizaine de degrés avec une précision comprise typiquement entre 0,1 et 0,5°. La détermination de l'homographie est indépendante de la géométrie de projection. Cette dernière n'est considérée qu'à l'issue du recalage pour déduire analytiquement les rotations et les déformations élastiques.

La méthode est validée numériquement sur des clichés simulés distordus optiquement, désorientés jusqu'à 14° et présentant des déformations élastiques équivalentes jusqu'à 5×10^{-2} . Cette étude montre que la mesure précise de déformations élastiques comprises entre 1×10^{-4} et 2×10^{-3} nécessite de corriger la distorsion optique radiale, même lorsque la désorientation est faible.

Finalement, la méthode est appliquée à des clichés acquis par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) et en transmission en utilisant la nouvelle configuration TKD on-axis (*transmission Kikuchi diffraction*). Des métaux polycristallins déformés plastiquement ainsi que des semi-conducteurs sont caractérisés. La méthode retranscrit des détails fins de la microstructure d'un acier martensitique trempé et revenu et d'un acier sans interstitiels déformé de 15% en traction, malgré la détérioration du contraste de diffraction induit par la déformation plastique. Les structures de déformation sont également analysées dans de l'aluminium nanostructuré obtenu par déformation plastique sévère grâce au couplage de la méthode de recalage et de la configuration TKD on-axis. Ce couplage permet d'atteindre simultanément une haute résolution spatiale (3 à 10 nm) et une haute résolution angulaire (0,01 à 0,05°). Des cartes de déformation élastiques sont obtenues à l'échelle de quelques nanomètres dans une lame mince de SiGe et les densités de dislocations dans un monocristal de GaN sont déterminées avec une résolution voisine de $2,5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^{-1}$ (soit $8 \times 10^{12} \text{m}^{-2}$).

Mots-clés : HR-EBSD ; HR-TKD ; TKD on-axis ; Corrélation d'images numériques (CIN) ; Densités de dislocations géométriquement nécessaires (GND) ; Microscopie électronique à balayage (MEB).

Abstract

Development and application of a high angular resolution method for the measurement of lattice rotations and elastic strains in the scanning electron microscope.

Understanding the deformation mechanisms in crystalline materials requires a fine characterization of microstructures. The precise measurement of lattice rotations and elastic strains in the scanning electron microscope is the aim of the so-called high-angular resolution methods. For this purpose, digital image correlation techniques are used in order to register electron diffraction patterns.

In this thesis, an original registration approach is proposed. The displacement field across the whole scintillator is modelled by a linear homography. Such a shape function is often met in the field of computer vision to describe projective transformations. The homography between two patterns is measured from a single and large region of interest using a numerically efficient inverse-compositional Gauss-Newton algorithm. It integrates a correction of optical distortions caused by camera lenses and its convergence is ensured by a pre-alignment step of the patterns. The latter relies on global cross-correlation algorithms based on Fourier-Mellin and Fourier transforms. It fairly accounts for rotations up to approximately ten degrees with an accuracy typically between 0.1 and 0.5°. The homography is measured independently from the projection geometry, which is only considered afterwards to analytically deduce the rotations and elastic strains.

The proposed method is validated numerically from simulated and optically distorted patterns showing disorientations up to 14° in the presence of elastic strains up to 5×10^{-2} . The accurate measurement of elastic strains between 1×10^{-4} and 2×10^{-3} requires a correction of radial distortion effects, even when the disorientation angle is small.

Finally, the method is applied to patterns acquired by means of electron backscatter diffraction (EBSD) and in transmission using the new on-axis transmission Kikuchi diffraction (TKD) configuration. Plastically deformed polycrystalline metals as well as semiconductors are characterized. The method highlights fine details of the microstructure of a quenched and tempered martensitic steel and of an interstitial free steel deformed by 15% in tension, although plastic deformation deteriorates the diffraction contrast. The deformation structures in a nanostructured aluminium obtained by severe plastic deformation are also analysed by coupling the image registration method to the on-axis TKD configuration. This coupling allows a high spatial resolution (3 to 10 nm) and a high angular resolution (0.01 to 0.05°) to be reached simultaneously. Elastic strain maps are obtained at the nanoscale in a SiGe thin foil. The geometrically necessary dislocation densities in a GaN single crystal are mapped with a resolution of about $2.5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^{-1}$ (i.e. $8 \times 10^{12} \text{m}^{-2}$).

Keywords: HR-EBSD; HR-TKD; TKD on-axis; Digital Image Correlation (DIC); Geometrically necessary dislocation densities (GND); Scanning electron microscope (SEM).

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mes directeurs de thèse, Emmanuel Bouzy, Vincent Taupin et Benoît Beausir, ainsi que Jean-Jacques Fundenberger, pour le sérieux de leur encadrement. Leurs qualités, tant sur le plan scientifique qu'humain, ont été les catalyseurs de la réussite de cette thèse, qui s'est déroulée dans les meilleures conditions possibles. Ces trois années ont été très enrichissantes et j'en garderai un très bon souvenir. Bien sûr, il y a eu des moments de doute mais c'était sans compter sur leur soutien et leur optimisme à toute épreuve. Je salue l'expérience dont ils ont su faire preuve, en m'accordant à la fois une grande liberté d'approche dans mes travaux tout en me poussant dans mes retranchements. J'ai ainsi pu accomplir ce que je n'aurais parfois jamais cru possible au début de cette thèse. Ce fut un plaisir de travailler avec eux, sans parler des moments conviviaux que nous avons partagé ensemble. Pour tout cela, je leur dis « merci » !

Je remercie les membres du jury d'avoir accepté d'examiner mes travaux et pour le temps important qu'ils y ont consacré. J'ai été très touché par l'intérêt qu'ils ont témoigné pour ces derniers et la bienveillance avec laquelle ils ont, chaque fois, apporté leur expertise dans un souci d'amélioration et de continuation de ces travaux. Merci aux rapporteurs, Stéphane Roux et Laurent Capolungo, pour leur lecture attentive du manuscrit et leurs remarques constructives. Merci à Muriel Véron d'avoir présidé une soutenance aux conditions atypiques ainsi que d'avoir fait le déplacement malgré les circonstances. Merci à Claire Maurice et à Stefan Zaefferer pour leurs commentaires et leurs questions, parfois très ciblés. J'ai eu plaisir d'échanger avec eux et je me réjouis à l'idée de poursuivre toutes nos discussions. Je profite d'évoquer la soutenance, pour remercier les auditrices et auditeurs connectés en nombre.

Cette thèse est le fruit d'un travail d'équipe et de plusieurs collaborations. A ce titre, je remercie Haithem Mansour (Oxford Instruments) et Jean-Luc Rouvière (CEA) d'avoir fourni certains des échantillons ou des données expérimentales présentées dans ce manuscrit. Je suis également reconnaissant envers Laurent Capolungo (LANL) de m'avoir offert l'opportunité de venir réaliser des simulations au sein de son équipe. Le Covid en a malheureusement décidé autrement mais ce n'est que partie remise.

Certains des résultats présentés n'auraient pas pu être obtenus sans le concours des membres du laboratoire et notamment des équipes du département IMPACT. Je remercie chaleureusement l'ensemble des membres du LEM3 qui m'ont formé, conseillé, aidé ou avec qui j'ai pu discuter de manière informelle autour d'un café. Plus particulièrement, je remercie Etienne Brodu pour sa formation à la TKD on-axis et Julien Guyon pour nos nombreux échanges sur le fonctionnement des MEB ainsi que pour les différentes mesures réalisées ensemble. Un grand merci également à Nathalie Allain-Bonasso pour avoir doté l'équipe d'ATEX-software de nouveaux ordinateurs, sans lesquels la majorité des résultats présentés dans ce manuscrit

n'aurait pas pu être générés (du moins, pas aussi rapidement). Mes pensées vont également à Thiebaud Richeton et Julien Zollinger, qui ont accepté de faire partie de mon comité de suivi, avec toute la lourdeur administrative que cela incombe.

Ce doctorat conclue un long cheminement fait de multiples rencontres et d'une multitude d'interactions, tant sur plan professionnel que personnel. Au fil des années, elles ont nourri une lente réflexion et je tiens donc à remercier toutes les personnes qui ont contribué à me faire découvrir le monde de la recherche, et surtout à y prendre goût !

Mes pensées se tournent vers l'équipe « Science des matériaux » du centre Arts et Métiers ParisTech de Metz. Merci à Sophie Berveiller, Etienne Patoor et Denis Bouscaud d'avoir encadré mon premier projet de recherche. Mon expérience au sein de l'IRT M2P aura été tout aussi déterminante. Aussi je suis reconnaissant envers mon tuteur de stage, Quentin Puydt, et toute son équipe. Merci à ce dernier ainsi qu'à Alain Hazotte d'avoir largement diffusé mon CV, sans quoi je n'aurais peut-être jamais rencontré mes directeurs de thèse.

Au-delà de l'aspect scientifique et professionnel, j'ai pu constater à quel point la thèse est une véritable aventure humaine, avec ses hauts et ses bas et ses innombrables rebondissements. Elle alterne moments de doute et de joie, d'agréables surprises et de déceptions, échecs inexplicables et réussites improbables, mais les efforts et la persévérance finissent toujours par payer. De toutes ces péripéties, je retiens ces semaines de galère et leur vendredi où rien ne va plus, mais qui se terminent dans une vague d'euphorie, lorsqu'après une ultime tentative, le code compile enfin ! Tous ces moments n'auraient cependant pas la même saveur s'ils n'avaient pas été partagés. Je remercie donc tous les collègues avec qui j'ai eu plaisir à travailler ainsi que tous mes amis doctorants ou post-docs. Merci à mes acolytes de bureau, Pierre (les deux) et Tomasz, ainsi qu'à Matthieu, Lara, Vincent, Satya, Nastya, Daria, Manoj, Fengming, Chloé, Amal, Francis, Juan et les autres, pour tous ces moments de rigolade, les soirées et après-midi jeux de société, ou nos escapades sur le Mont Saint-Quentin ou à Gérardmer ! Merci à la team mots-fléchés et au club « FDM autour d'un café » et à tous ceux que je n'ai pas nommément cités, ils se reconnaîtront.

Enfin, je remercie mes proches, mon parrain et la Fam's 48 de Siber's, pour leurs encouragements et leur soutien indéfectible.

Sommaire

Introduction.....	1
Chapitre I. Caractérisation des déformations élastiques et des gradients d'orientation par microscopie électronique à balayage : méthodes standards, avancées et émergentes	3
I.1. Cartographie d'orientation par microscopie électronique à balayage.....	4
I.1.1. Géométrie de projection pour l'obtention des clichés.....	4
I.1.2. Trois configurations pour l'acquisition des clichés de diffraction.....	5
I.1.3. L'imagerie FSD au service de la cartographie d'orientation	8
I.1.4. Indexation des clichés de diffraction	9
I.2. Microscopie électronique à balayage à haute résolution angulaire.....	13
I.2.1. Modèle mécanique.....	13
I.2.2. Mise en œuvre de l'approche HR-EBSD locale	18
I.2.3. Nécessité d'une calibration précise du microscope	23
I.2.4. Prise en compte de la distorsion optique causée par les caméras EBSD	26
I.3. Emergence de nouvelles approches globales	29
I.3.1. Questions et controverses entourant l'approche locale.....	29
I.3.2. De nouvelles approches HR-EBSD globales	32
I.4. Points principaux	35
Chapitre II. Genèse d'une méthode alternative « globale » pour la haute-résolution angulaire.....	39
II.1. Choix d'une méthode iconique pour le recalage d'image	40
II.1.1. Méthodes géométriques ou iconiques.....	40
II.1.2. Motivation du choix d'une méthode iconique	40
II.2. Description paramétrique des déformations par une homographie.....	42
II.2.1. Notions de fonction de forme et coordonnées homogènes	42
II.2.2. L'homographie parmi les fonctions de formes les plus usuelles.....	43
II.2.3. Une homographie linéaire décrit-elle les déplacements sur le scintillateur ?	46
II.2.4. Conséquence pour la mesure.....	48
II.3. Stratégie d'optimisation à l'aide d'un algorithme IC-GN.....	49
II.3.1. Optimisation par une méthode de descente de gradient	49
II.3.2. Choix d'un algorithme de Gauss-Newton par composition inverse (IC-GN).....	50
II.3.3. Critère de corrélation normalisée à zéro	53
II.4. Discussion.....	54
II.5. Conclusions	57

Chapitre III. Mise en œuvre de la méthode : implémentation et stratégie d’initialisation de l’homographie	59
III.1. Implémentation de l’algorithme IC-GN.....	60
III.1.1. Eléments pré-calculés à chaque changement de référence	60
III.1.2. Déroulement de l’algorithme IC-GN	62
III.2. Estimation initiale de l’homographie par corrélation croisée globale	65
III.2.1. Stratégie d’initialisation	65
III.2.2. Pré-recalage des clichés par des techniques de corrélation croisée globale	67
III.3. Correction des distorsions optiques intégrée à l’algorithme IC-GN	77
III.3.1. Principe de fonctionnement de la correction	77
III.3.2. Impact de la correction sur la vitesse d’exécution de l’algorithme IC-GN.....	79
III.4. Implémentation dans le logiciel ATEX-software	80
III.5. Discussion	82
III.5.1. Remarques concernant l’algorithme IC-GN.....	82
III.5.2. Remarques concernant l’estimation initiale par corrélation croisée globale	84
III.5.3. Remarques concernant la correction des distorsions optiques.....	86
III.6. Conclusions.....	87
Chapitre IV. Validation numérique et influence de la distorsion optique... 91	
IV.1. Génération des données	92
IV.1.1. Génération d’images tests par déformation d’un cliché simulé dynamiquement ...	92
IV.1.2. Cas étudiés et paramètres de mesure.....	95
IV.1.3. Motivations du choix de la méthode de génération des images.....	97
IV.2. Validation numérique de la méthode et variabilité des résultats	100
IV.2.1. Paramètres de l’analyse et définition de l’erreur	100
IV.2.2. Validation numérique	101
IV.2.3. Influence du biais d’interpolation	102
IV.2.4. Performances de la méthode de pré-recalage par corrélation croisée globale.....	103
IV.2.5. Variabilité des résultats.....	107
IV.3. Nécessité d’une correction des distorsions optiques	111
IV.3.1. Erreur en l’absence de correction	111
IV.3.2. Influence de la position du PC et du centre optique	113
IV.3.3. Nécessité d’une correction.....	115
IV.3.4. Précision requise sur les paramètres du modèle de distorsion.....	117
IV.4. Discussion	120
IV.5. Conclusions	124
Chapitre V. Applications	127
V.1. Matériel utilisé et analyse des données	128
V.1.1. Matériel utilisé	128
V.1.2. Analyse des données	129
V.1.3. Limitations techniques	133

V.2. Structures de déformation dans des métaux déformés plastiquement.....	134
V.2.1. Caractérisation par TKD on-axis d'un acier 9Cr-ODS	134
V.2.2. Caractérisation par EBSD d'un acier IF déformée de 15% en traction	140
V.2.3. Comparaison des trois stratégies d'initialisation	144
V.3. Déformations élastiques dans des semi-conducteurs	149
V.3.1. Couche de Si _{0,69} Ge _{0,31} en épitaxie caractérisée par TKD on-axis.....	149
V.3.2. Monocristal de GaN.....	154
V.4. Caractérisation d'une nanostructure déformée dans un MEB	160
V.4.1. Echantillon, paramètres d'acquisition et d'analyse.....	160
V.4.2. Résultats.....	163
V.5. Discussion	165
V.5.1. Principaux résultats et originalité des applications étudiées.....	165
V.5.2. HR-TKD on-axis : un compromis entre MEB et MET	167
V.6. Conclusions	170
Discussion générale	173
Perspectives	177
Conclusions générales	181
Bibliographie.....	183

Table des sigles et acronymes

CCD	<i>Charge-Coupled Device</i>
CIN	<i>Corrélation d'images numériques</i>
CIN-I	<i>Corrélation d'images numériques intégrée</i>
CPU	<i>Central processing unit</i>
EBSD	<i>Electron backscattered diffraction</i>
ECAE	<i>Equal channel angular extrusion</i>
FA-GN	<i>Forward-Additive Gauss-Newton</i>
FA-NR	<i>Forward Additive Newton-Raphson</i>
FCC	<i>Fonction de corrélation croisée</i>
FFT	<i>Fast Fourier Transform</i>
FMT-CC	<i>Fourier-Mellin transform based cross-correlation</i>
FSD	<i>Forescatter electron detector</i>
FT-CC	<i>Fourier transform based cross-correlation</i>
GND	<i>Geometrically necessary dislocations densities</i>
GPU	<i>Graphics processing unit</i>
HR-EBSD	<i>High angular resolution electron backscattered diffraction</i>
HR-TKD	<i>High angular resolution transmission Kikuchi diffraction</i>
HTI	<i>Hough-transform based indexing</i>
IC-GN	<i>Inverse Compositional Gauss-Newton</i>
IF	<i>Interstitial free</i>
IG	<i>Initial guess</i>
MEB	<i>Microscope électronique à balayage</i>
MET	<i>Microscope électronique en transmission</i>
NBED	<i>NanoBeam Electron Diffraction</i>
NPED	<i>Nanobeam Precession Electron Diffraction</i>
ODS	<i>Oxide dispersed strengthened</i>
PED-ACOM	<i>Precession Electron Diffraction - Automated Crystal Orientation Mapping</i>
RdI	<i>Région d'intérêt</i>
SSD	<i>Sum of squared differences</i>
TF	<i>Transformée de Fourier</i>
TKD	<i>Transmission Kikuchi diffraction</i>
ZNCC	<i>Zero mean normalised cross-correlation</i>
ZNSSD	<i>Zero mean normalised sum of squared differences</i>

Introduction

La compréhension des mécanismes de déformation microstructuraux comme le glissement des dislocations, le maillage, la fragmentation des grains ou encore la recristallisation nécessite une caractérisation fine des microstructures. Cette caractérisation passe idéalement par une mesure précise des désorientations et des déformations élastiques du cristal.

L'étude de l'évolution des microstructures via l'observation et la compréhension des mécanismes de plasticité constitue un axe de recherche majeur du laboratoire. Cela implique notamment le développement de méthodes innovantes pour l'acquisition et d'exploitation des données. Si les métaux et alliages déformés sont majoritairement étudiés au laboratoire, celui-ci élargit son champ d'investigation à d'autres matériaux comme les semi-conducteurs.

Cette thèse s'inscrit dans cette optique en développant une méthode originale de mesure par microscopie électronique à balayage des rotations et des déformations élastiques du cristal. Ce type de méthode, dite à haute résolution angulaire, repose sur le recalage de clichés de diffraction. Des algorithmes de corrélation d'images numériques déterminent la transformation géométrique qui aligne au mieux un cliché dit « cible » par rapport à un cliché dit « de référence ». La méthode historiquement développée par Wilkinson et al. [1] s'appuie sur un ensemble de mesures « locales » basées sur de petites régions d'intérêt extraites des clichés. Cette thèse propose une méthode « globale », reposant sur une seule et grande région d'intérêt.

Le [Chapitre I](#) passe en revue les méthodes de cartographie des orientations cristallographiques par microscopie électronique à balayage et présente le principe de fonctionnement des méthodes à haute résolution angulaire publiées à ce jour. Le raisonnement ayant conduit à l'élaboration d'une approche globale originale est expliqué dans le [Chapitre II](#), avant de détailler sa mise en œuvre au [Chapitre III](#). Le [Chapitre IV](#) est consacré à sa validation numérique ainsi qu'à l'étude de l'influence de la distorsion optique sur sa précision. Enfin, le [Chapitre V](#) propose des applications de la méthode à des métaux polycristallins déformés plastiquement ainsi qu'à des semi-conducteurs caractérisés par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) ou par la technique TKD on-axis (transmission Kikuchi diffraction) récemment développée au laboratoire [2,3].

Chapitre I. Caractérisation des déformations élastiques et des gradients d'orientation par microscopie électronique à balayage : méthodes standards, avancées et émergentes 3

I.1. Cartographie d'orientation par microscopie électronique à balayage..... 4

I.1.1. Géométrie de projection pour l'obtention des clichés..... 4

I.1.2. Trois configurations pour l'acquisition des clichés de diffraction..... 5

I.1.2.1. Configuration EBSD 5

I.1.2.2. Configuration TKD off-axis..... 6

I.1.2.3. Configuration TKD on-axis..... 7

I.1.3. L'imagerie FSD au service de la cartographie d'orientation 8

I.1.4. Indexation des clichés de diffraction 9

I.1.4.1. Méthode standard basée sur la transformée de Hough 9

I.1.4.2. Méthodes d'indexation émergentes..... 10

I.1.4.3. Sur l'importance d'une haute résolution angulaire..... 11

I.2. Microscopie électronique à balayage à haute résolution angulaire 13

I.2.1. Modèle mécanique..... 13

I.2.1.1. Notations 13

I.2.1.2. Modèle mécanique..... 14

I.2.1.3. Déduction des rotations et des déformations élastiques 15

I.2.1.4. Insensibilité de la méthode à la dilatation hydrostatique 16

I.2.2. Mise en œuvre de l'approche HR-EBSD locale 18

I.2.2.1. Mesure de translation par corrélation-croisée 18

I.2.2.2. Détermination de la solution à partir des mesures de translation..... 19

I.2.2.3. La technique du remapping en présence de rotations supérieures au degré 20

I.2.2.4. Validation de la méthode..... 21

I.2.3. Nécessité d'une calibration précise du microscope 23

I.2.3.1. Aperçu des différents types des méthodes de calibration 23

I.2.3.2. Méthodes de calibration spécifiques à la technique HR-EBSD 24

I.2.3.3. Conséquences de l'incertitude de calibration sur la technique HR-EBSD 24

I.2.4. Prise en compte de la distorsion optique causée par les caméras EBSD 26

I.2.4.1. Généralités sur les distorsions optiques..... 26

I.2.4.2. Erreur commise en négligeant la distorsion optique 27

I.3. Emergence de nouvelles approches globales 29

I.3.1. Questions et controverses entourant l'approche locale..... 29

I.3.1.1. Incertitude sur les paramètres de mesure à utiliser 29

I.3.1.2. Controverses et contradictions autour des performances de la méthode 31

I.3.2. De nouvelles approches HR-EBSD globales 32

I.3.2.1. Corrélation d'images numériques globale et intégrée 32

I.3.2.2. Algorithme de Gauss-Newton et estimation initiale de la solution..... 33

I.3.2.3. Des avantages multiples par rapport à l'approche locale..... 34

I.4. Points principaux 35

Chapitre I.

Caractérisation des déformations élastiques et des gradients d'orientation par microscopie électronique à balayage : méthodes standards, avancées et émergentes

Ce chapitre présente dans un premier temps les techniques d'acquisition et d'indexation des clichés de diffraction électronique pour la cartographie d'orientation dans un microscope électronique à balayage. Il s'agit d'identifier les possibilités offertes par ce type de microscope (solutions matérielles) et les méthodes d'analyse des diagrammes de diffraction (solutions logicielles) en matière de résolution spatiale et de précision sur les orientations cristallographiques.

La connaissance précise de l'angle et de l'axe de désorientation est, avec celle des déformations élastiques, essentielle à l'observation et à la compréhension des mécanismes microstructuraux de déformation. Ce chapitre s'intéresse donc dans un second temps aux méthodes avancées dites à haute résolution angulaire. Spécialement conçues pour la mesure précise des déformations élastiques et des rotations relatives du cristal, leur principe de fonctionnement est présenté. La mise en œuvre de la méthode originelle proposée par Wilkinson et al. [1] ainsi que les améliorations qui lui ont été apportées sont ensuite détaillées. Ses performances et ses principales sources d'erreur sont analysées.

Ce chapitre revient finalement sur différentes zones d'ombre entourant la mise en œuvre de la méthode de Wilkinson et al. [1], laquelle repose sur un ensemble de mesures « locales » à travers de petites régions d'intérêt extraites des clichés de diffraction. Il s'agit de comprendre les motivations ayant conduit, dans le cadre de cette thèse, au développement d'une nouvelle approche. Cette dernière est dite « globale » dans la mesure où elle analyse les clichés de diffraction dans leur intégralité à travers une grande et unique région d'intérêt, à l'instar d'autres méthodes publiées en parallèle de cette thèse. Ces méthodes émergentes sont succinctement présentées en soulignant leurs différences avec l'approche « locale ».

I.1. Cartographie d'orientation par microscopie électronique à balayage

Cette section propose un aperçu des différentes techniques d'acquisition et d'indexation des clichés de diffraction dans un microscope électronique à balayage (MEB). Il s'agit avant tout de présenter les méthodes utilisées durant la thèse, d'en cerner les performances et les limites, mais également de les situer vis-à-vis de techniques usuelles ou émergentes.

I.1.1. Géométrie de projection pour l'obtention des clichés

Le faisceau d'électrons primaires pénétrant dans la matière est quasi homocinétiq ue et diffuse dans toutes les directions, formant une source divergente sous la zone éclairée par la sonde. Les électrons primaires arrivent sur les plans du cristal depuis toutes les directions. Ceux respectant les conditions de Bragg diffractent et voient leur nouvelle trajectoire incluse dans un cône, dit de Kossel, de demi-angle au sommet $\pi/2 - \theta_{Bragg}$ (Figure I.1), où θ_B est l'angle de Bragg pour la famille de plans considérée. L'intersection de ces cônes avec une sphère centrée sur le point source forme des bandes. Cette sphère est appelée sphère de Kikuchi, ce dernier ayant été le premier à observer des bandes en transmission dans une lame mince de mica [4].

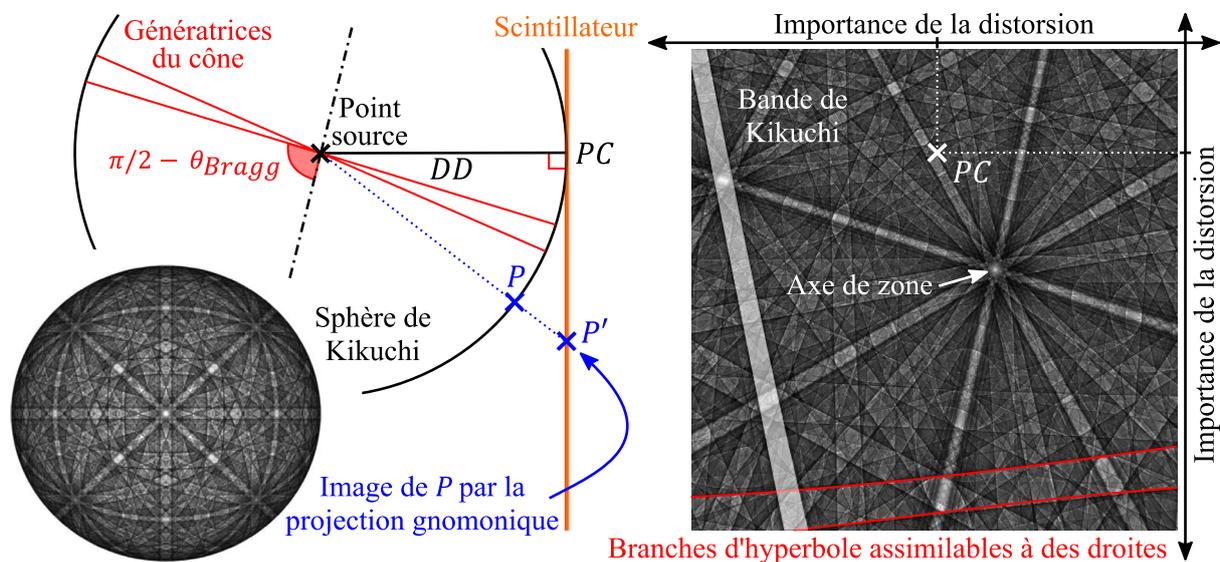


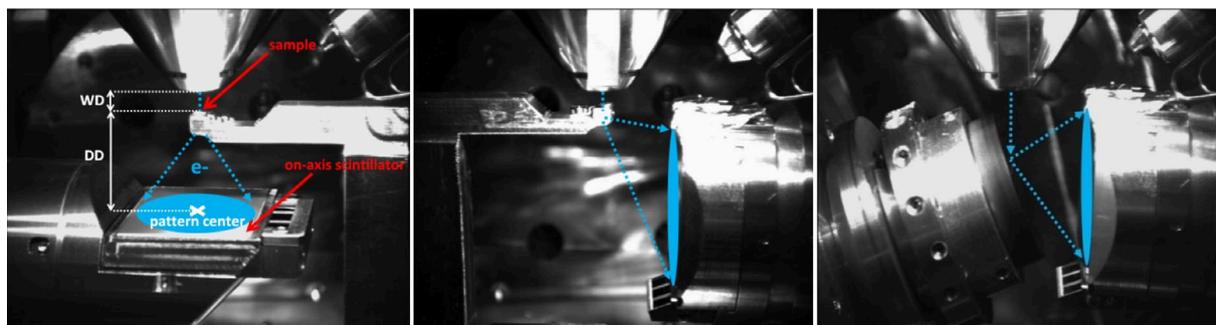
Figure I.1. (gauche) Géométrie de projection de la sphère de Kikuchi sur le scintillateur et sphère de Kikuchi simulée pour une maille de ferrite (extraite de [5]) et (droite) cliché de diffraction simulé dynamiquement.

La projection gnomonique de la surface de la sphère de Kikuchi sur un scintillateur plan donne un cliché de diffraction du même nom. Une fois projetées sur le scintillateur, les bords des bandes de Kikuchi sont des d'hyperboles. L'angle de Bragg θ_B étant petit, ces dernières sont assimilées à des droites. Comme le montre le

cliché de diffraction simulé dynamiquement sur la [Figure I.1](#), les distorsions induites par la projection gnomonique sont d'autant plus grandes que la distance par rapport au *PC* (*pattern centre*) augmente. La distance *DD* détermine l'angle solide capté par le scintillateur. Si elle est élevée, peu de bandes seront présentes sur le cliché mais elles seront relativement larges. A l'inverse, davantage de bandes seront visibles si *DD* diminue mais elles seront plus étroites. Pour une distance interréticulaire donnée, la largeur des bandes dépend également de la tension d'accélération. Elle détermine la longueur d'onde et donc l'angle de Bragg. Les bandes sont ainsi plus étroites pour les tensions d'accélération élevées.

I.1.2. Trois configurations pour l'acquisition des clichés de diffraction

Trois configurations ont été développées pour l'acquisition des clichés de diffractions sur un scintillateur : EBSD (*electron backscattered diffraction*), TKD (*transmission Kikuchi diffraction*) off-axis et on-axis. Comme illustré sur la [Figure I.2](#), elles se distinguent par la position relative du scintillateur par rapport à l'échantillon, l'inclinaison de la surface de l'échantillon par rapport au faisceau incident ainsi que par l'utilisation d'un échantillon massif ou d'une lame mince.



(a) Configuration TKD on-axis (b) Configuration TKD off-axis (c) Configuration EBSD

Figure I.2. Configurations possibles pour l'acquisition des clichés de diffraction dans un MEB. L'image est extraite de Brodu et al. [6] et montre l'intérieur de la chambre du MEB Zeiss Supra 40 utilisé durant cette thèse.

I.1.2.1. Configuration EBSD

Historiquement, Venables et al. [7,8] ont développé la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) dans les années 70 suite à la première observation de pseudo-bandes de Kikuchi en réflexion par Coates [9]. Le scintillateur est typiquement placé à une distance de 14 à 16 mm d'un échantillon massif incliné de sorte à ce que l'angle d'incidence du faisceau d'électron soit proche de 20° ([Figure I.2c](#)). Cet angle maximise le rendement en électrons rétrodiffusés en rapprochant la poire d'interaction de la surface de l'échantillon. La surface de l'échantillon doit être

soigneusement polie, les électrons rétrodiffusés quasi élastiquement provenant d'une couche de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur.

La forte inclinaison de l'échantillon dégrade cependant la résolution spatiale longitudinale qui est environ trois fois plus grande que la résolution spatiale latérale. Pour une taille de sonde donnée, la résolution spatiale physique dépend de la taille de la poire d'interaction dont l'augmentation est proportionnelle à la tension d'accélération et inversement proportionnelle au numéro atomique. La réduction de la tension d'accélération se heurtant à des problèmes de dérive de faisceau du fait de l'augmentation des temps de pose, la résolution spatiale latérale de la technique EBSD est généralement limitée à environ 50 nm [10,11]. La caractérisation de structures nanocristallines est par conséquent compromise, sauf pour certains éléments lourds comme le platine, pour lequel une résolution spatiale effective de 10 nm a été atteinte [12].

1.1.2.2. Configuration TKD off-axis

La principale limitation de la technique EBSD étant sa résolution spatiale latérale, Keller et Geiss [13] ont proposé la méthode de *transmission Kikuchi diffraction* (TKD) en 2012. Elle réutilise la même caméra que la configuration EBSD mais remplace l'échantillon massif par une lame mince de 50 à 150 nm d'épaisseur (Figure 1.2b). Cette dernière est observée en transmission afin de réduire le volume d'interaction. La résolution spatiale latérale effective est typiquement comprise entre 3 et 10 nm [13–15] et physiquement de l'ordre de la quinzaine de nanomètre [16–18]. Elle augmente avec l'épaisseur de la lame et avec la diminution de la tension d'accélération sous l'effet de l'élargissement du faisceau.

Un MEB a une tension d'accélération usuellement limitée à 30 keV, la résolution spatiale latérale de la technique TKD n'est pas aussi fine que celle d'un MET (1 à 2 nm). La résolution en profondeur étant inversement proportionnelle à la tension d'accélération [6,19], la technique TKD est en revanche sélective en profondeur. Le signal de diffraction contribuant aux bandes de Kikuchi provient en effet d'une couche de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur située au niveau de la face de sortie du faisceau incident [14,19]. A l'inverse, les MET sont non sélectifs, les tensions d'accélération misent en jeu étant de l'ordre de 100 à 300 keV.

Le principal défaut de la technique TKD off-axis provient de la position du scintillateur. Certes, elle ne nécessite pas un détecteur spécifique, cependant le rendement en électrons diffusés reste faible. De plus, les distorsions liées à la projection

gnomonique sont plus importantes que pour la technique EBSD, le *PC* se trouvant au niveau du bord supérieur du scintillateur.

I.1.2.3. Configuration TKD on-axis

En 2015, Fundenberger et al. [2,3] proposent une nouvelle configuration TKD, dite on-axis, où le scintillateur est placé directement sous l'échantillon, perpendiculairement au faisceau incident (Figure I.2a). Cette configuration offre plusieurs avantages par rapport à la configuration off-axis [17,20].

Premièrement, le *PC* est proche du centre du scintillateur si bien que les clichés TKD on-axis sont peu distordus par la projection gnomonique contrairement aux clichés TKD off-axis comme le montre la Figure I.3. L'importante distorsion de ces derniers est plus problématique pour la détection des bandes par la transformée de Hough que ne l'est la présence du faisceau transmis pour les clichés TKD on-axis, tant que la taille de la tache centrale n'est pas trop proéminente [14,17,20]. A noter que les logiciels d'indexation commerciaux ne prennent pas encore en compte les spécificités de la transmission comme l'asymétrie du contraste de bande.

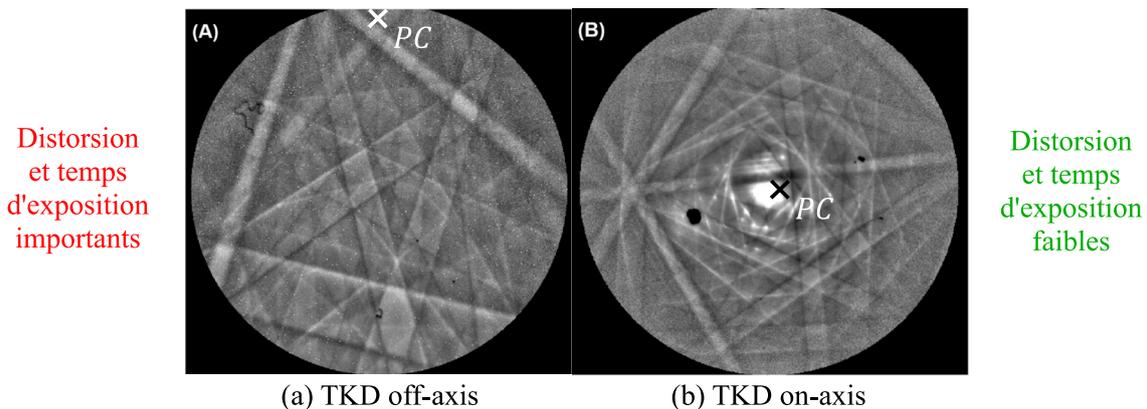


Figure I.3. Cliché de diffraction obtenu par TKD (a) off-axis et (b) on-axis dans un alliage Al-Mg avec des temps d'intégration de 200 ms et 30 ms, respectivement (image extraite de Yuan et al. [20] et adaptée).

Deuxièmement, le signal de diffraction reçu par le scintillateur est intense. Pour un rapport signal sur bruit donné, il est possible d'acquérir les clichés avec des temps d'exposition plus courts qu'avec la configuration off-axis [17,20] (Figure I.3). Yuan et al. [20] montrent qu'une carte d'orientation acquise en 108 minutes avec la configuration off-axis pour un taux d'indexation de 58% peut être réalisée en 6 minutes avec la configuration on-axis pour un taux d'indexation de 60%. La réduction du temps d'acquisition d'un facteur ~ 20 [17,20] est essentielle compte tenu des problèmes de dérive de faisceau. Ces problèmes sont en effet particulièrement marqués aux forts

grandissements utilisés en TKD, à savoir de $\times 30\,000$ à $\times 500\,000$ dans le cadre des applications proposées au [Chapitre V](#). En plus de réduire les temps d'exposition, il est également possible d'utiliser un courant de sonde plus faible, permettant ainsi de caractériser plus facilement les matériaux sensibles aux dégâts d'irradiation. Enfin, la résolution spatiale latérale de la configurations on-axis est légèrement meilleure [17,18].

I.1.3. L'imagerie FSD au service de la cartographie d'orientation

Le détecteur Bruker Optimus™ utilisé pour la TKD on-axis durant cette thèse est équipé, en plus d'un scintillateur, d'un capteur Bruker Argus™ composé de trois diodes, comme schématisé sur la [Figure I.4a](#). Ce détecteur, appelé FSD (*forescatter electron detector*), intègre les intensités captées par les diodes, chacune étant associée à un canal de couleur (bleu, vert, rouge), afin de fournir des images colorées. Elles rendent compte qualitativement de fins détails de la microstructure.

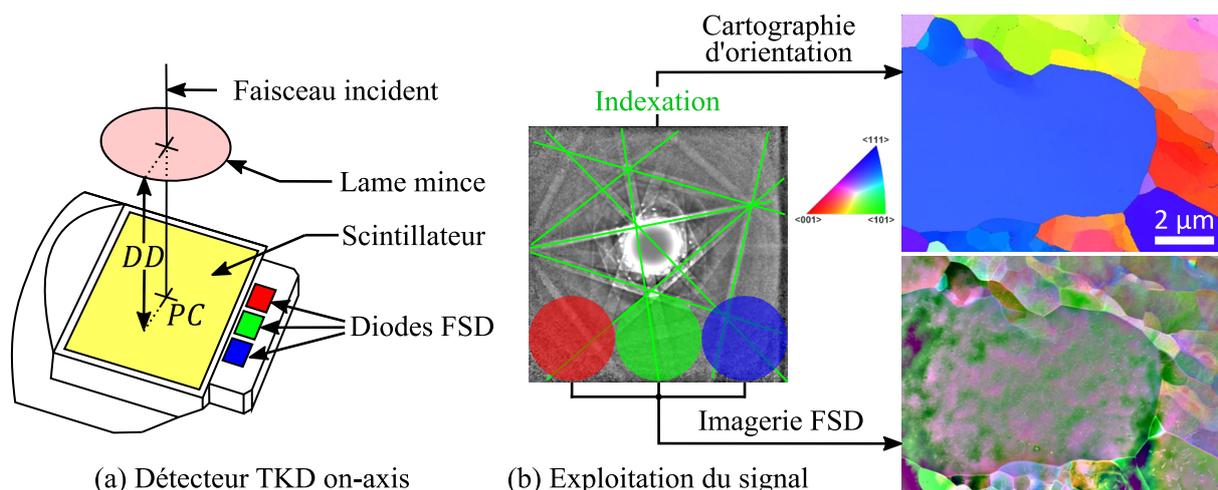


Figure I.4. (a) Schéma du détecteur Bruker Optimus™ utilisé pour la TKD on-axis. (b) Exploitation du signal, la détection des bandes de Kikuchi permettant la cartographie des orientations cristallographiques tandis que les intensités captées par les diodes servent à l'imagerie FSD.

Le contraste FSD est en effet très sensible aux changements d'orientation, aux phases, à la topographie et à l'épaisseur de l'échantillon [21]. Il a également été utilisé pour mettre en évidence des domaines magnétiques [22]. Dans le cadre de cette thèse, la sensibilité du contraste FSD permettra de vérifier qualitativement la pertinence des résultats de la méthode à haute résolution angulaire développée pour la caractérisation des structures de déformation. Plus généralement, l'imagerie FSD est avantageuse car elle permet de visualiser rapidement la microstructure et donc de sélectionner la zone à cartographier en adaptant le pas de mesure, comme le suggère la [Figure I.4b](#).

I.1.4. Indexation des clichés de diffraction

I.1.4.1. Méthode standard basée sur la transformée de Hough

Aujourd'hui, les orientations cristallographiques sont déterminées en temps réel de manière standard à l'aide de la transformée de Hough [23,24]. La transformée de Hough représente un point (x, y) du plan cartésien sous forme d'une sinusoïde :

$$\rho_{x,y}(\theta) = x \cdot \cos(\theta) + y \cdot \sin(\theta). \quad (\text{I.1})$$

Si plusieurs points appartiennent à une même droite, leurs sinusoïdes s'intersectent en un point (à π près) comme illustré sur la [Figure I.5](#). En sommant l'ensemble de ces sinusoïdes, c'est-à-dire en appliquant une transformée de Radon, des pics d'intensité apparaissent alors dans l'espace de Hough (ρ, θ) , comme le montre l'image en arrière-plan sur la [Figure I.5b](#). Les coordonnées (ρ_0, θ_0) du pic permettent d'identifier la bande de Kikuchi, ρ_0 étant la distance entre le centre de cette bande et l'origine du repère cartésien et θ_0 étant l'angle que forme sa normale avec l'horizontale.

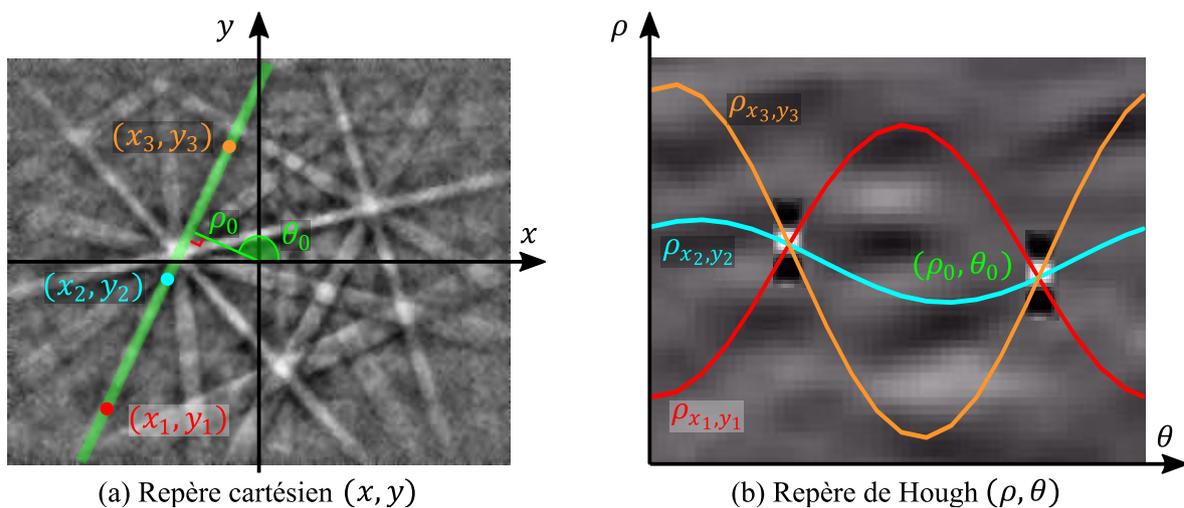


Figure I.5. (a) Cliché et trois points d'une même droite dans un repère cartésien. (b) Transformée de Hough de chacun des trois points s'intersectant dans le repère de Hough, formant un pic d'intensité sur la transformée de Radon en arrière-plan.

L'intérêt de la transformée de Hough est qu'il est informatiquement plus aisé de localiser un pic d'intensité qu'une droite. La précision dépend en partie de la résolution des clichés et de la finesse de l'échantillonnage (ρ, θ) lors du calcul des sinusoïdes, mais également de l'incertitude sur la géométrie de projection. La méthode suppose également que le cristal n'est pas déformé élastiquement [25]. La précision sur les orientations cristallographiques est typiquement de l'ordre de 0,5 à 1° [26–28]. Si des précisions de 0,2 à 0,3° sont également reportées [27,29], elles considèrent des filtres spatiaux moyennant plusieurs points adjacents de la carte d'orientation.

Des alternatives à la transformée de Hough ont été proposées pour une détection plus précise des bandes de Kikuchi. La transformée de Hough « 3D » [25] localise les branches d'hyperboles issues de l'intersection des cônes de Kossel avec le scintillateur. Si cette méthode peut potentiellement déterminer à la fois l'orientation et l'état de déformation élastique du cristal, des considérations techniques compromettent son utilisation en pratique [30]. En 2013, Ram et al. [31] ont proposé la méthode des bandelettes. Cette approche fréquentielle déconvolue les bandes de Kikuchi qui se chevauchent et s'intersectent dans le domaine spatial, permettant d'atteindre une précision angulaire voisine de $0,1^\circ$ expérimentalement.

I.1.4.2. Méthodes d'indexation émergentes

Ces cinq dernières années, de nouvelles techniques d'indexation ont été proposées : l'indexation par la méthode du dictionnaire [32,33], l'indexation basée sur les harmoniques sphériques [34,35] et le *pattern matching* [36–38]. Elles ont pour but d'améliorer la résolution angulaire sur les orientations cristallographiques et de permettre l'indexation de clichés pour lesquels le rapport signal sur bruit est trop faible pour la détection des bandes de Kikuchi par la transformée de Hough. En effet, ces méthodes ne reposent pas sur la localisation des bandes de Kikuchi mais sur la comparaison de l'ensemble du cliché expérimental avec des clichés simulés.

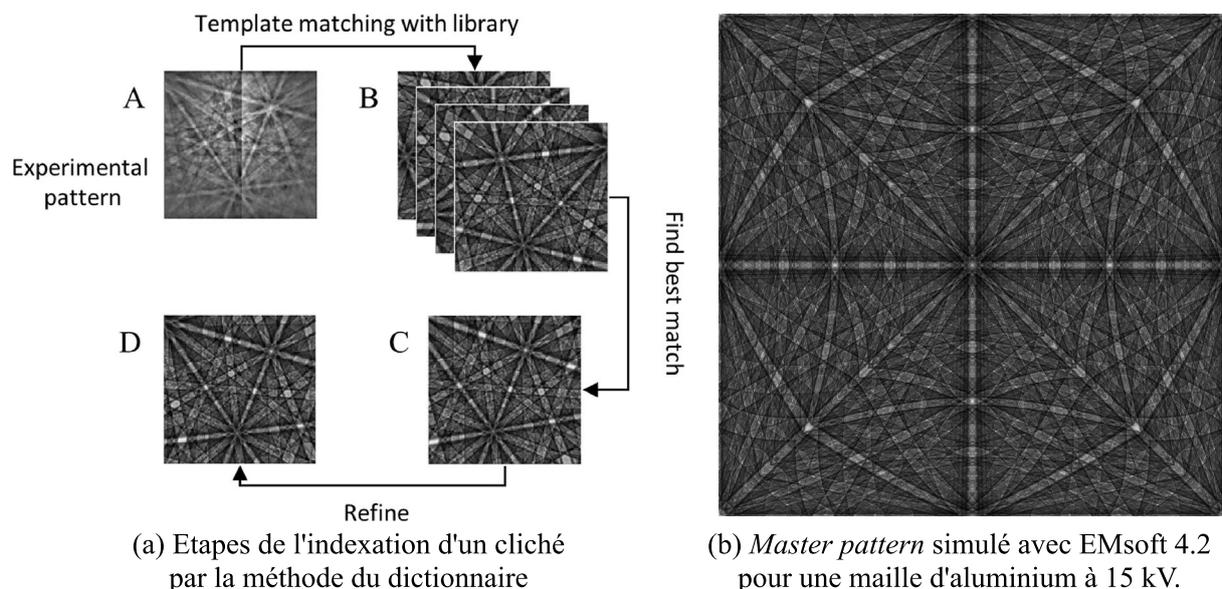


Figure I.6. (a) Schéma extrait de Foden et al. [33] illustrant les principales étapes de l'indexation par la méthode du dictionnaire. (b) *Master pattern* simulé pour une maille d'aluminium et faisant office de dictionnaire.

La méthode du dictionnaire [32] consiste à échantillonner l'espace des orientations avec une bibliothèque de clichés simulés. Chaque cliché à indexer est comparé à l'ensemble de la banque de clichés simulés. La plus grande corrélation observée donne l'orientation (Figure I.6a). Son principe rappelle celui de la méthode proposée dix ans auparavant par Rauch et Dupuy [39] pour l'identification des taches de diffraction en microscopie électronique en transmission. La méthode du dictionnaire est plus robuste au bruit que l'indexation basée sur la transformée de Hough. Cependant son coût numérique est significativement plus élevé, malgré les améliorations visant à réduire la taille du dictionnaire [33]. L'approche basée sur les harmoniques sphériques [34,35] est numériquement plus efficace que la méthode du dictionnaire. Ce dernier est en effet remplacé par un unique cliché simulé, appelé *master pattern*, qui rend compte de l'ensemble de la surface de la sphère de Kikuchi (Figure I.6b). Enfin, la méthode du *pattern matching* repose également sur la comparaison du cliché à indexer à un cliché simulé, à la différence que la méthode est itérative [36–38,40]. Cette méthode est cependant extrêmement peu détaillée dans la littérature, la publication originale [38] se référant elle-même au logiciel commercial ESPRIT DynamicS distribué par Bruker Nano.

Ces méthodes ont une précision d'au plus 0,1 à 0,2° sur les orientations [28,35,41,42] pour un microscope précisément calibré [28]. L'incertitude sur la géométrie de projection est en effet directement impliquée dans la simulation des clichés de diffraction. A noter qu'étant très récentes, ces méthodes sont encore peu utilisées et n'indexent pas en temps réel. L'indexation par la transformée de Hough demeure donc encore à ce jour la méthode de référence.

I.1.4.3. Sur l'importance d'une haute résolution angulaire

La connaissance précise de l'angle mais aussi de l'axe de désorientation est essentielle pour l'observation et la compréhension des mécanismes microstructuraux de déformation afin, par exemple, d'alimenter des modèles de plasticité cristalline [43]. Les rotations du cristal interviennent directement dans le calcul des densités de dislocations géométriquement nécessaires [44,45] qui permettent alors de caractériser finement les structures de déformation. A l'inverse, la détermination de l'orientation avec une précision de quelques dixièmes de degré est d'un moindre intérêt pour la compréhension des liens microstructures-propriétés mécaniques dans un polycristal.

S'il est évident que la précision sur les rotations du cristal déduites de l'indexation est liée à la précision sur les orientations, elle n'est pas encore évaluée concernant les méthodes émergentes mentionnées plus haut. En toute logique,

l'incertitude sur les rotations relatives entre deux points du cristal est supérieure à l'incertitude sur leurs orientations. Prior [46] montre que l'erreur sur l'axe de désorientation déduit d'une indexation par la transformée de Hough est particulièrement élevée aux faibles désorientations. Demirel et al. [47] soulignent qu'une dispersion de 1° sur l'orientation est inadmissible (« *inadvisable* ») pour la caractérisation des structures de déformation, les sous-joints de grain impliquant le plus souvent des désorientations de moins de 2° .

Ces observations ont motivé le développement de méthodes dites « à haute résolution angulaire ». Ces dernières sont conçues spécialement pour observer de faibles rotations relatives du cristal sous le niveau de bruit des méthodes d'indexation usuelles, mais également pour mesurer les déformations élastiques. Elles sont maintenant présentées.

I.2. Microscopie électronique à balayage à haute résolution angulaire

Historiquement, les méthodes à haute résolution angulaire en microscopie électronique à balayage ont été d'abord appliquées à la technique EBSD et sont donc communément désignées par HR-EBSD (*high angular resolution EBSD*). Un point de référence est choisi à l'intérieur d'un grain. Son cliché de diffraction, dit « de référence », est comparé aux clichés « cibles » associés à chacun des autres points du grain. Les clichés sont enregistrés avec une haute résolution, typiquement 1000×1000 pixels avec une profondeur de niveau de gris de 12-bit ou plus. Il s'agit de mesurer le champ de déplacement entre la référence et la cible avec une précision inférieure à la taille du pixel afin de déterminer les rotations du cristal et les déformations élastiques en chaque point du grain, relativement à la référence.

Après les premières tentatives par Troost et al. [48] et Wilkinson [49,50] dans les années 1990-2000, la technique HR-EBSD a connu un essor à partir de 2006 sous l'impulsion de Wilkinson et al. [1]. Cette section expose tout d'abord le modèle mécanique [1,51] reliant les rotations et les déformations élastiques aux déplacements visibles sur le scintillateur. La mise en œuvre de la méthode ainsi que les améliorations qui lui ont été apportées sont ensuite détaillées avant d'évoquer les principales sources d'erreur quant à la mesure des déformations élastiques

I.2.1. Modèle mécanique

I.2.1.1. Notations

Soit le repère $\mathcal{R}=O(\vec{X}_1, \vec{X}_2, \vec{X}_3)$ centré sur le point source associé au point de référence et dont les axes \vec{X}_1 et \vec{X}_2 sont alignés avec les bords du scintillateur, lequel est distant de DD suivant \vec{X}_3 (Figure I.7). Il sera appelé « repère du scintillateur » par la suite. L'axe \vec{X}_2 est orienté vers le bas, en accord avec la représentation matricielle des images, dont les pixels sont usuellement repérés par rapport au coin supérieur gauche. Dans cette thèse, la convention suivante est adoptée pour représenter les points dans le plan (\vec{X}_1, \vec{X}_2) du scintillateur :

- Des lettres majuscules indiquent qu'un point $\mathbf{X} = [X_1 \ X_2]^T$ du scintillateur est repéré de manière absolue par rapport au coin supérieur gauche du scintillateur.

- Des lettres minuscules indiquent qu'un point $\boldsymbol{x} = [x_1 \ x_2]^T$ du scintillateur est repéré relativement au PC du cliché de référence, de coordonnées absolues $\boldsymbol{X}^{PC} = [X_1^{PC} \ X_2^{PC}]^T$ d'où $x_i = X_i - X_i^{PC}$ avec $i = 1, 2$.

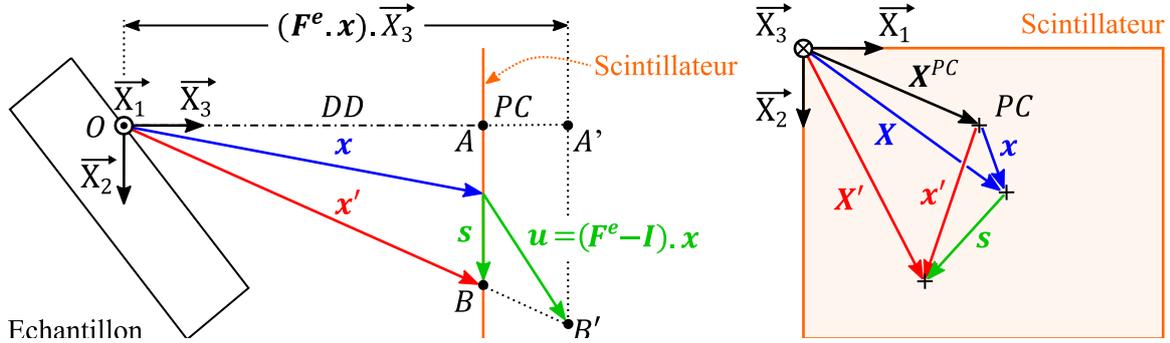


Figure I.7. Repère du scintillateur et repérage des points.

Pour chacune des deux représentations, \boldsymbol{X} et \boldsymbol{x} désignent un même point du scintillateur dans la configuration de référence, lequel admet pour image \boldsymbol{X}' et \boldsymbol{x}' sur le scintillateur par le tenseur gradient de transformation élastique \boldsymbol{F}^e . La transformation induit un déplacement visible sur le scintillateur : $\boldsymbol{s} = \boldsymbol{x}' - \boldsymbol{x} = \boldsymbol{X}' - \boldsymbol{X}$.

I.2.1.2. Modèle mécanique

La transformation \boldsymbol{F}^e , exprimée dans le repère du scintillateur, décrit le passage de la configuration de référence à la configuration déformée (ou cible). Sous l'effet de cette transformation, un point $\boldsymbol{x} = [x_1 \ x_2 \ DD]^T$ appartenant au scintillateur dans la configuration de référence subit un déplacement

$$\boldsymbol{u} = (\boldsymbol{F}^e - \boldsymbol{I}) \cdot \boldsymbol{x}. \quad (\text{I.2})$$

Comme schématisé sur la Figure I.7, $\boldsymbol{x} + \boldsymbol{u} = \boldsymbol{F}^e \cdot \boldsymbol{x}$ n'appartient pas nécessairement au plan du scintillateur. D'après le théorème de Thalès, $OA/OA' = OB/OB'$ d'où :

$$\boldsymbol{x}' = \frac{DD}{(\boldsymbol{F}^e \cdot \boldsymbol{x}) \cdot \overline{X_3}} (\boldsymbol{F}^e \cdot \boldsymbol{x}) \quad (\text{I.3})$$

ce qui une fois développé donne :

$$\begin{bmatrix} x'_1 \\ x'_2 \\ DD \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} DD \cdot (F_{11}^e \cdot x_1 + F_{12}^e \cdot x_2 + F_{13}^e \cdot DD) \\ F_{31}^e \cdot x_1 + F_{32}^e \cdot x_2 + F_{33}^e \cdot DD \\ DD \cdot (F_{21}^e \cdot x_1 + F_{22}^e \cdot x_2 + F_{23}^e \cdot DD) \\ F_{31}^e \cdot x_1 + F_{32}^e \cdot x_2 + F_{33}^e \cdot DD \\ DD \end{bmatrix}. \quad (\text{I.4})$$

Le tenseur gradient de transformation recherché est donc lié au déplacement visible \mathbf{s} comme suit :

$$\begin{bmatrix} s_1 \\ s_2 \end{bmatrix} = DD \cdot \begin{bmatrix} x_1 & x_2 & DD & 0 & 0 & 0 & -\frac{x_1^2}{DD} & -\frac{x_1 \cdot x_2}{DD} & -x_1 \\ 0 & 0 & 0 & x_1 & x_2 & DD & -\frac{x_1 \cdot x_2}{DD} & -\frac{x_2^2}{DD} & -x_2 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} F_{11}^e \\ F_{12}^e \\ F_{13}^e \\ F_{21}^e \\ F_{22}^e \\ F_{23}^e \\ F_{31}^e \\ F_{32}^e \\ F_{33}^e \end{bmatrix} \quad (\text{I.5})$$

Il apparaît que la détermination des neuf composantes de \mathbf{F}^e nécessite de connaître le déplacement $\mathbf{s}^{(i)}$ en au moins cinq positions $\mathbf{x}^{(i)}$ (non colinéaires), chaque mesure locale du déplacement apportant deux équations supplémentaires pour la résolution du problème (équation (I.5)). En pratique, quatre mesures suffisent puisque la technique HR-EBSD est insensible à la dilation hydrostatique.

I.2.1.3. Déduction des rotations et des déformations élastiques

Les composantes de déformation élastique ε_{ij} et les rotations du cristal w_i autour de chacun des axes \vec{X}_i , avec $(i, j) \in \llbracket 1; 3 \rrbracket$, sont déduites du tenseur gradient de transformation élastique \mathbf{F}^e en appliquant l'hypothèse des petites perturbations ou bien en considérant les rotations finies et les déformations élastiques petites.

Le premier cas est utilisé dans la méthode originale de Wilkinson et al. [1] :

$$\mathbf{F}^e \approx \boldsymbol{\varepsilon} + \boldsymbol{\omega} + \mathbf{I} \quad (\text{I.6})$$

$$\mathbf{F}^e \approx \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} & \varepsilon_{23} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 & -w_3 & w_2 \\ w_3 & 0 & -w_1 \\ -w_2 & w_1 & 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix},$$

où

$$\boldsymbol{\varepsilon} \approx \frac{1}{2}(\mathbf{d} + \mathbf{d}^T) \quad (\text{I.7})$$

et

$$\boldsymbol{\omega} \approx \frac{1}{2}(\mathbf{d} - \mathbf{d}^T) \quad (\text{I.8})$$

désignent respectivement le tenseur des petites déformations élastiques et le tenseur des petites rotations. Les hypothèses de ce formalisme sont détaillées par Maurice et al. [52]. Ils montrent que l'hypothèse des petites perturbations n'est acceptable qu'en présence de rotations n'excédant pas 0,5 à 1°.

Au-delà, les auteurs ainsi que Britton et al. [53], soulignent la nécessité de considérer les rotations finies. Pour cela, une matrice de rotation

$$\mathbf{R} = \begin{bmatrix} c_2 \cdot c_3 & s_1 \cdot s_2 \cdot c_3 - c_1 \cdot s_3 & c_1 \cdot s_2 \cdot c_3 + s_1 \cdot s_3 \\ c_2 \cdot s_3 & s_1 \cdot s_2 \cdot s_3 + c_1 \cdot c_3 & c_1 \cdot s_2 \cdot s_3 - s_1 \cdot c_3 \\ -s_2 & s_1 \cdot c_2 & c_1 \cdot c_2 \end{bmatrix}, \quad (\text{I.9})$$

où $c_i = \cos(w_i)$ et $s_i = \sin(w_i)$, est obtenue en calculant la décomposition polaire à gauche du tenseur gradient de transformation :

$$\mathbf{F}^e = \mathbf{v} \cdot \mathbf{R} \quad (\text{I.10})$$

où \mathbf{v} est le tenseur symétrique défini positif des déformations pures. Ce formalisme signifie que le cristal subit d'abord une rotation puis les déformations sont appliquées dans la configuration tournée. Les rotations w_i sont déduites de \mathbf{R} comme suit :

$$\begin{cases} w_1 = \text{atan}\left(\frac{R_{32}}{R_{33}}\right) + \eta \cdot \pi \\ w_2 = \text{atan}\left(-\frac{R_{31}}{\sqrt{R_{11}^2 + R_{21}^2}}\right) \\ w_3 = \text{atan}\left(\frac{s_1 \cdot R_{13} - c_1 \cdot R_{12}}{c_1 \cdot R_{22} - s_1 \cdot R_{23}}\right) + \eta \cdot \pi \end{cases} \quad \text{avec } \eta = \begin{cases} 1 & \text{si } w_2 = \pi/2 \\ 0 & \text{sinon} \end{cases}. \quad (\text{I.11})$$

Les déformations élastiques étant supposées petites [52] :

$$\mathbf{v} \approx \mathbf{I} + \boldsymbol{\varepsilon}. \quad (\text{I.12})$$

Dans cette thèse, la décomposition polaire à gauche du tenseur \mathbf{F}^e est déduite de sa décomposition en valeurs singulières :

$$\mathbf{F}^e = \mathbf{W} \cdot \boldsymbol{\Sigma} \cdot \mathbf{V}^T \quad (\text{I.13})$$

où \mathbf{W} et \mathbf{V} sont des matrices 3×3 orthonormées et où $\boldsymbol{\Sigma}$ est une matrice diagonale 3×3 contenant les valeurs singulières de \mathbf{F}^e , les matrices de rotation \mathbf{R} et de déformation pure \mathbf{v} étant calculées comme suit :

$$\mathbf{R} = \mathbf{W} \cdot \mathbf{V}^T \quad (\text{I.14})$$

$$\mathbf{v} = \mathbf{W} \cdot \boldsymbol{\Sigma} \cdot \mathbf{W}^T. \quad (\text{I.15})$$

A noter que dans le cas où $F_{33}^e = 1$, la déduction des déformations élastiques suivant l'équation (I.12) s'avère incorrecte. Elle est alors substituée par la relation suivante :

$$\boldsymbol{\varepsilon} \approx \frac{1}{v_{33}} (\mathbf{v} - v_{33} \cdot \mathbf{I}). \quad (\text{I.16})$$

I.2.1.4. Insensibilité de la méthode à la dilatation hydrostatique

La Figure I.8 montre l'allure du champ de déplacement généré sur le scintillateur par chaque composante de déformation ε_{ij} ou de rotation w_i , exprimée dans la base du scintillateur. La croix indique la position du PC. Il apparaît que l'effet d'une dilatation ε_{33} (Figure I.8i) est indiscernable des effets combinés de ε_{11} et ε_{22} (Figure I.8a et Figure I.8e). La méthode est par conséquent insensible à la dilatation hydrostatique [1]. Seul le tenseur gradient de transformation déviatorique $\widehat{\mathbf{F}}^e = \mathbf{F}^e / F_{33}^e$ est accessible.

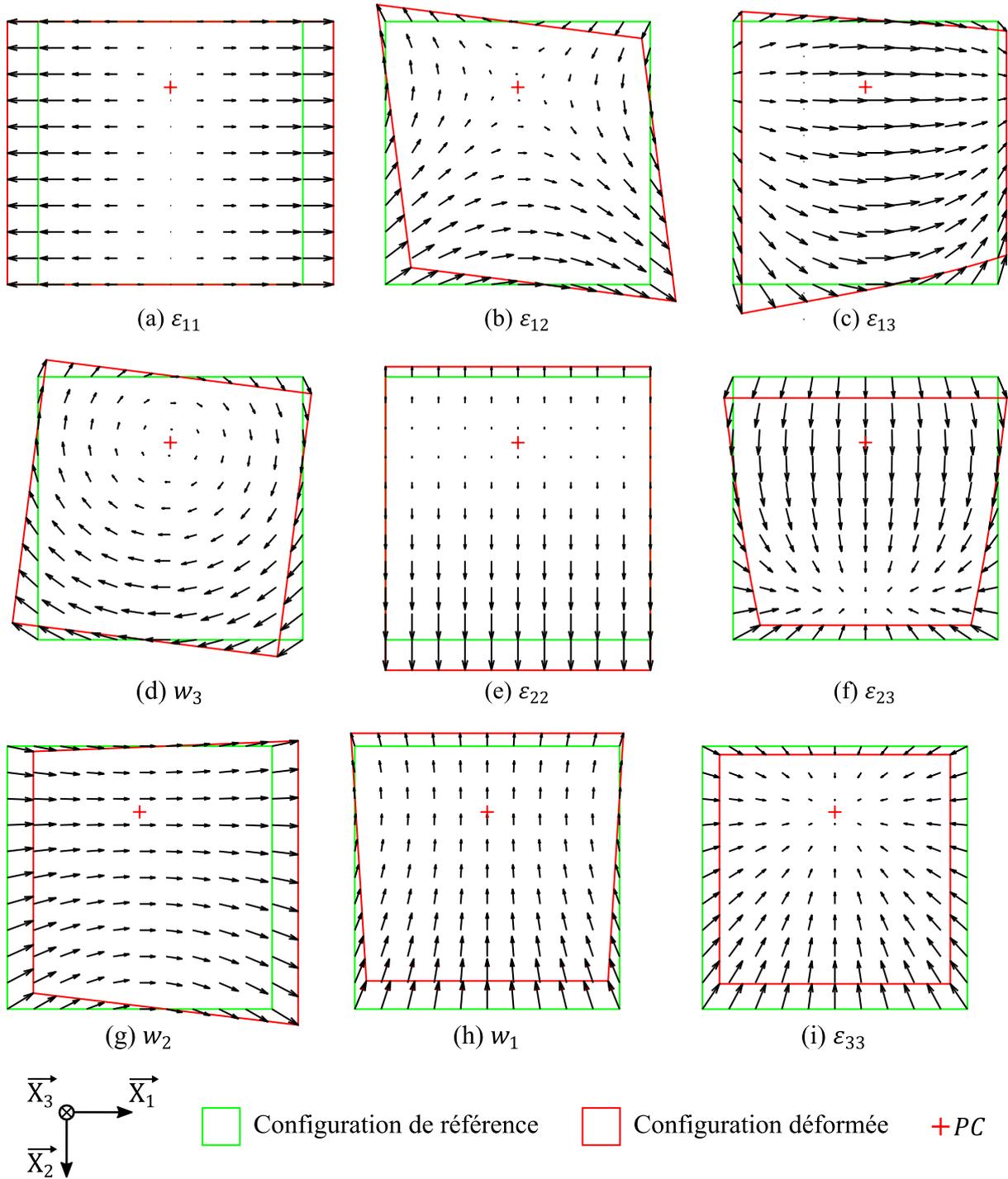


Figure I.8. Allure du champ de déplacement généré sur le scintillateur par chaque composante de déformation élastique et de rotation exprimée dans le repère du scintillateur.

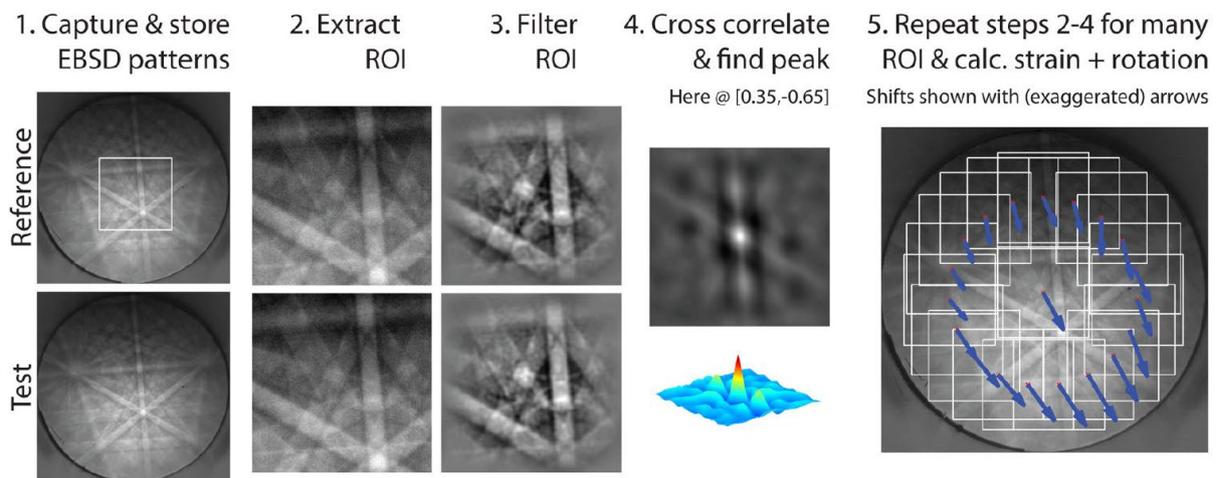
Les électrons rétrodiffusés provenant de l'extrême surface de l'échantillon, Wilkinson et al. [1] lèvent cette incertitude sur ε_{33} en supposant que la contrainte suivant la normale à la surface de l'échantillon est nulle. D'après la loi de Hooke, ceci conduit à la relation suivante :

$$\epsilon_{33} = -\frac{1}{C_{3333}} [C_{3311} \cdot \epsilon_{11} + C_{3322} \cdot \epsilon_{22} + 2 \cdot (C_{3323} \cdot \epsilon_{23} + C_{3331} \cdot \epsilon_{31} + C_{3312} \cdot \epsilon_{12})] \quad (\text{I.17})$$

où les ϵ_{ij} et les C_{ijkl} désignent respectivement les déformations élastiques et les constantes d'élasticité du matériau, exprimées dans le repère de l'échantillon. Hardin et al. [54] ont montré que l'hypothèse de traction libre de la surface de l'échantillon est acceptable, à moins qu'une erreur de plus de $2,7^\circ$ ne soit commise sur l'angle d'inclinaison de l'échantillon ou que ce dernier présente des sources de contraintes (précipités etc...) proches de la surface.

I.2.2. Mise en œuvre de l'approche HR-EBSD locale

La méthode proposée par Wilkinson et al. [1] est qualifiée de technique HR-EBSD locale par la suite puisque la solution est déterminée à partir d'un ensemble de mesures de translation locales, comme illustré sur la [Figure I.9](#) (étape 5).



7. Repeat steps 1-5 for many EBSD patterns to generate strain and rotation maps

Figure I.9. Principe de fonctionnement de la mesure du champ de déplacement entre le cliché de référence et le cliché (*test*) dans le cadre de l'approche HR-EBSD locale (figure extraite de [55]).

I.2.2.1. Mesure de translation par corrélation-croisée

De petites régions d'intérêt, appelées imagettes, sont extraites du cliché de référence et du cliché cible. La méthode HR-EBSD locale suppose que le champ de déplacement entre ces imagettes est assimilable à une translation. Sa mesure repose sur un algorithme de corrélation croisée basée sur la transformée de Fourier (FT-CC : *Fourier transform based cross-correlation*) dont les étapes sont les suivantes :

- 1) Une imagette carrée dont la taille est une puissance de deux (typiquement 256×256 pixels pour un cliché de 1000×1000 pixels) est extraite du cliché de

référence (étapes 1 et 2 sur la [Figure I.9](#)). Une seconde imagette est extraite du cliché cible au même endroit.

- 2) Les deux imagettes sont prétraitées en ramenant leur intensité moyenne à zéro puis en appliquant une fenêtre de Hanning de sorte que l'intensité sur les bords s'annule progressivement (étape 3 sur la [Figure I.9](#)).
- 3) La transformée de Fourier discrète de chaque imagette est calculée par un algorithme FFT (*Fast Fourier Transform*) [1] puis un filtre passe bande est appliqué dans le domaine de Fourier afin de réduire le bruit (hautes fréquences) et les variations continues d'illumination (basses fréquences) [56]. Les fréquences de coupure sont de l'ordre de 3 à 14 cycles pour 256 pixels et 30 à 48 cycles pour 256 pixels [56–58], respectivement.
- 4) La fonction de corrélation croisée (FCC) est obtenue en calculant le spectre de puissance croisée normalisé (étape 4 sur la [Figure I.9](#)) :

$$FCC = \mathfrak{F}^{-1} \left\{ \frac{\mathfrak{S}^*\{\tilde{r}\} \cdot \mathfrak{S}\{\tilde{t}\}}{|\mathfrak{S}^*\{\tilde{r}\}| \cdot |\mathfrak{S}\{\tilde{t}\}|} \right\}, \quad (\text{I.18})$$

où \mathfrak{S} , \mathfrak{S}^* et \mathfrak{S}^{-1} désignent respectivement la transformée de Fourier (TF), le conjugué de la TF ou l'inverse de la TF et où \tilde{r} et \tilde{t} sont respectivement les intensités des imagettes de référence et cible pré-traitées.

- 5) La FCC présente un pic dont la position par rapport au centre de l'imagette indique la translation à appliquer à l'imagette cible pour la recaler avec l'imagette de référence (étape 5 sur la [Figure I.9](#)). Dans le cadre d'une corrélation croisée normalisée (équation (I.18)), la hauteur du pic est comprise entre 0 et 1, 1 signifiant que la référence et la cible sont identiques (autocorrélation). Une hauteur de pic inférieure à $\sim 0,3$ est au contraire assimilée à une absence de corrélation [56,59]. Le pic est interpolé par une gaussienne afin de déterminer la position de son maximum avec une résolution voisine de 0,02 pixels [1,60]. D'après Villert et al. [51], la mesure des déformations élastiques à 1×10^{-4} près nécessite une précision de 0,05 pixels.

1.2.2.2. Détermination de la solution à partir des mesures de translation

Comme le montre l'équation (I.5), la mesure d'une translation $\mathbf{s} = [s_1 \ s_2]^T$ à partir d'une imagette centrée sur $\mathbf{x} = [x_1 \ x_2]^T$ fournit deux équations qui ne suffisent pas à déterminer les neuf composantes de \mathbf{F}^e . La méthode étant insensible à la dilatation hydrostatique, seules les huit composantes de $\hat{\mathbf{F}}^e$ sont mesurées en pratique.

Il en résulte que quatre mesures de translation à partir d'images non colinéaires suffisent pour déterminer la solution. Wilkinson et al. [1] recommandent cependant d'utiliser vingt paires d'images, ce qui nécessite de résoudre un système d'équations surdéterminé par décomposition en valeurs singulières.

Le résultat étant fortement impacté par d'éventuelles mesures de translation aberrantes, Britton et al. [56] résolvent un système d'équations pondérées afin d'améliorer la robustesse de la méthode. Un poids calculé en fonction de la hauteur de pic de la FCC est initialement affecté à chaque mesure puis le système surdéterminé est résolu itérativement. A chaque itération, les déplacements théoriques sont calculés à partir de la solution courante puis comparés aux mesures. L'écart entre ces derniers sert à fixer de nouveaux poids jusqu'à converger vers une solution.

I.2.2.3. La technique du remapping en présence de rotations supérieures au degré

Maurice et al. [52] et Britton et al. [53] montrent que les performances de la technique HR-EBSD locale sous sa forme originale [1] se dégradent rapidement dès lors que la désorientation dépasse 1 à 2°. La mesure de translation par FT-CC n'est en effet pas adaptée en présence de rotations planes supérieures à ~7° entre les images [61]. Ils proposent alors la technique du *remapping* qui consiste à pré-aligner l'un des clichés par rapport à l'autre afin que la rotation relative entre les images reste faible.

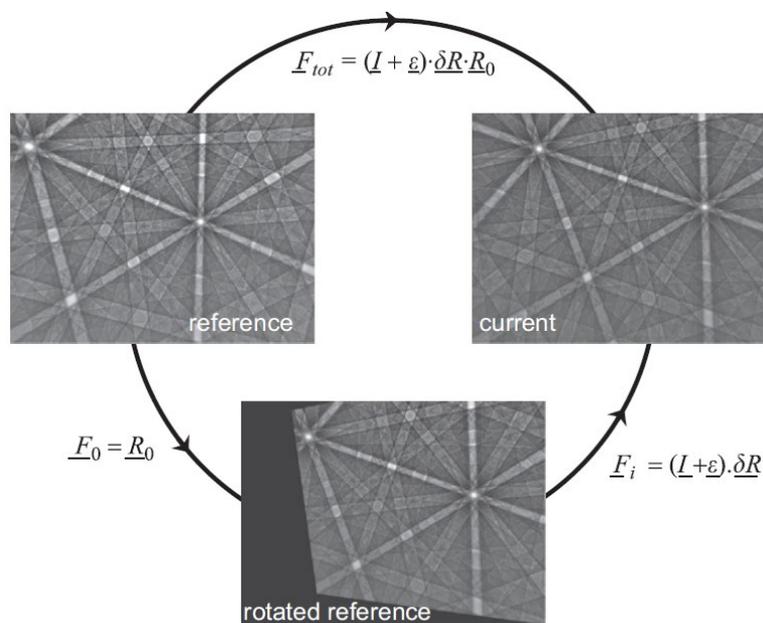


Figure I.10. Principe de fonctionnement de la technique du *remapping* proposée par Maurice et al. [52], dont la figure est extraite.

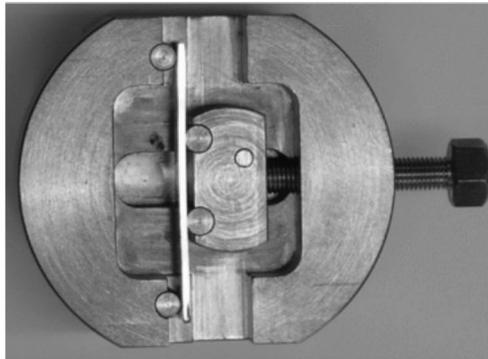
Maurice et al. [52] estiment la rotation \mathbf{R}_0 entre les deux clichés à partir de l'orientation des points déterminée par l'indexation basée sur la transformée de Hough. L'image du cliché de référence par cette rotation est ensuite calculée (*rotated reference* sur la Figure IV.10). Il s'agit alors de mesurer les translations résiduelles associées à la déformation élastique $\boldsymbol{\varepsilon}$ et à l'incertitude de l'indexation sur les rotations $\delta\mathbf{R}$. Compte tenu de l'erreur potentiellement importante de l'indexation sur l'axe de désorientation aux petits angles de désorientation [46], les auteurs soulignent que la technique ne doit pas être appliquée systématiquement mais uniquement en présence de rotations supérieures à 1° . Britton et al. [53] proposent une technique du *remapping* différente dans la mesure où la référence reste inchangée tandis que le cliché cible est déformé à partir de la solution déterminée par la méthode HR-EBSD locale décrite jusqu'à présent. Cette dernière est alors appliquée de manière itérative jusqu'à la convergence.

Le *remapping* itératif proposée par Britton et al. [53] augmentant significativement le coût numérique de l'analyse, Zhu et al. [62] ont récemment proposé une méthode de *remapping* simple. Ils utilisent un algorithme de Demons appliqué aux clichés dans leur globalité à travers une unique et grande région d'intérêt. Si leur méthode de *remapping* seule apparaît plus précise qu'une seule itération de la méthode HR-EBSD locale, il faut remarquer qu'une seule rotation est traitée comme exemple : une pure rotation w_{12} (ou bien $-w_3$). Il s'agit du pire cas possible pour l'approche HR-EBSD locale tandis que l'absence de déformation élastique favorise probablement leur méthode de *remapping* qui n'a pas vocation à les mesurer. Les auteurs montrent que leur technique apporte un gain de précision à l'issue de l'analyse complète. Ils mesurent également son temps d'exécution, mais ne le comparent pas à celui qui est nécessaire pour un *remapping* itératif.

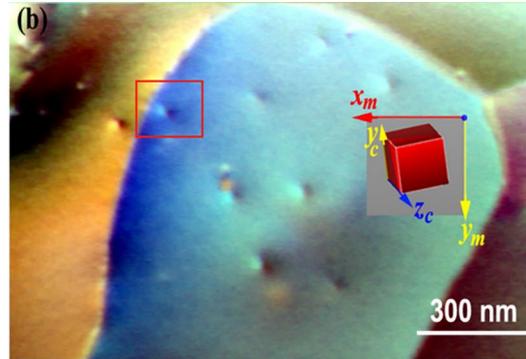
1.2.2.4. Validation de la méthode

La méthode HR-EBSD locale a historiquement été validée expérimentalement sans *remapping*, le plus souvent à partir de semi-conducteurs en présence de rotations faibles [1,60,63–65], ou bien au niveau de la tête d'une fissure dans un superalliage base nickel [63]. Wilkinson et al. [1,60,63] montrent que la méthode a une sensibilité de 1×10^{-4} ($\sim 0,006^\circ$). Villert et al. [51] obtiennent une erreur moyenne de 1×10^{-4} dans un monocristal de silicium soumis à une flexion 4-points (Figure I.11a,a'). Plancher et al. [66] reconduisent l'expérience avec un monocristal d'acier austénitique 316L et comparent les résultats avec ceux obtenus par micro-diffraction Laue. Les profils de déformation élastique obtenues avec chacune des techniques concordent et les auteurs

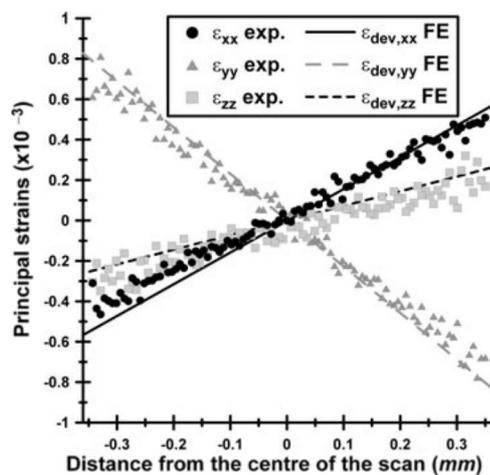
estiment la précision de mesure à $3,2 \times 10^{-4}$ pour une déformation plastique inférieure à 0,5%. En 2019, Yu et al. [67] appliquent pour la première fois la méthode à des clichés TKD off-axis afin de mesurer le champ de déformation élastique d'une dislocation coin isolée dans du tungstène (Figure I.11b,b').



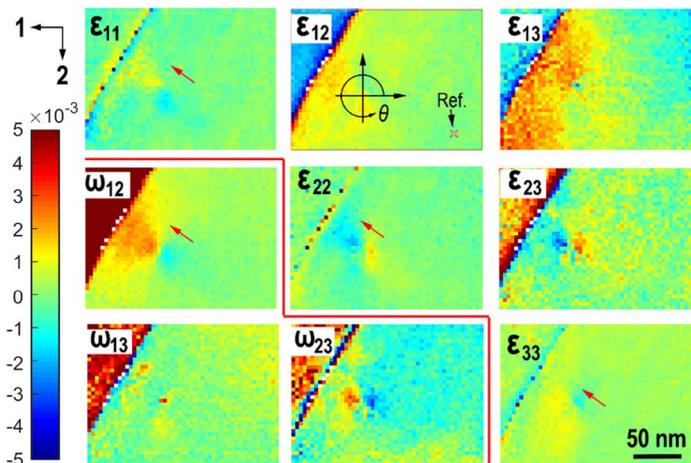
(a) Montage utilisé par Villert et al. (2009) pour l'expérience de flexion 4-points d'une lame de silicium



(b) Image FSD d'un échantillon de tungstène. Le cadre rouge indique des cartes HR-TKD off-axis réalisées par Yu et al. (2018) sur l'image (b')



(a') Comparaison des déformations élastiques mesurées avec la simulation numérique(FE)



(b') Cartes de rotation et déformation élastique au voisinage d'une dislocation isolée

Figure I.11. Principe de fonctionnement de la technique du *remapping* proposée par Maurice et al. [52], dont l'image est extraite.

Maurice et al. [52] et Britton et al. [53] proposent une validation numérique de leur méthode de *remapping* respective à partir de clichés simulés dynamiquement. Les premiers obtiennent une erreur sur les déformations élastiques inférieure à 2×10^{-5} en présence de rotations allant jusqu'à $\pm 15^\circ$ et des déformations élastiques comprises entre $\pm 10^{-3}$. Les seconds obtiennent une erreur inférieure à $\sim 2 \times 10^{-4}$ pour des désorientations angulaires allant jusqu'à 11° avec une déformation élastique équivalente de $\sim 5 \times 10^{-4}$.

1.2.3. Nécessité d'une calibration précise du microscope

L'incertitude sur la géométrie de projection constitue encore aujourd'hui une limitation majeure pour la mesure précise des déformations élastiques [51,56,68,69]. Cette section propose d'abord un aperçu des méthodes de calibration développées pour la cartographie d'orientation, avant de s'intéresser à celles conçues spécifiquement pour la HR-EBSD. Les conséquences de l'incertitude sur la géométrie de projection pour la mesure des déformations élastiques est discutée.

1.2.3.1. Aperçu des différents types des méthodes de calibration

Les logiciels d'indexation commerciaux employant la transformée de Hough déterminent généralement la géométrie de projection par la méthode du *iterative pattern fitting* de Krieger-Lassen [70]. Elle détermine itérativement les paramètres de projection assurant la meilleure correspondance entre les positions des bandes détectées par la transformée de Hough et celles recalculées selon la solution indexée. Sa précision est de l'ordre de 0,5% de la largeur du cliché [5,56]. Pour converger, cette méthode requiert une estimation initiale de la calibration. Si cette dernière est totalement inconnue, une première calibration du microscope peut être réalisée à partir d'un monocristal de silicium d'orientation connue, comme détaillé par Dingley et Randle [71].

La calibration peut également être effectuée à partir de l'ombrage causé par des objets placés entre l'échantillon et le scintillateur. Venables et Bin-Jaya [8] obtiennent une incertitude de 1% sur la distance DD [56]. En utilisant deux paires de filins orthogonaux (*sighting wires*) fixés suivant des plans parallèles et d'espacement connu, Day [72] atteint une précision de 50 μm soit une incertitude de 0,2% de la largeur d'un cliché de 1000×1000 pixels avec une taille de pixel de 24 microns. Le principal inconvénient de ce type de méthode est qu'elle occulte une partie du signal de diffraction.

Hjelen et al. [73] ont proposé de comparer deux clichés de diffraction acquis pour des distances d'insertion de la caméra différentes. La variation de la distance DD provoque en effet un changement d'échelle du cliché dont le PC est le centre, c'est-à-dire le point invariant. Bien qu'améliorée par Carpenter et al. [74], la méthode a une incertitude d'environ 2,5% sur la position du PC et de 0,3% sur DD [56].

1.2.3.2. Méthodes de calibration spécifiques à la technique HR-EBSD

La mesure des déformations élastiques absolues avec une précision de 10^{-4} requiert que l'incertitude sur la géométrie de projection ne dépasse pas 0,05% de la largeur de l'image [56,75], soit un ordre de grandeur de moins que l'incertitude des méthodes de calibration mentionnées précédemment.

Maurice et al. [75] ont appliqué la méthode HR-EBSD locale afin de mesurer le changement d'échelle dans le cadre de la technique du déplacement de l'écran. Lorsqu'elle est appliquée à des clichés simulés dynamiquement, la méthode localise le *PC* avec une précision de 0,01 pixels, soit une incertitude de 0,001% pour un cliché de 1000×1000 pixels avec une taille de pixel de 24 microns. Expérimentalement, les performances de la technique sont en effet couramment limitées par les défauts de positionnement et le manque de rigidité des systèmes mécaniques d'insertion des caméras [75,76]. Mingard et al. [76] estiment qu'une précision d'au moins 0,1 pixels (0,01%) demeure néanmoins atteignable.

En utilisant la technique des ombrages, Mingard et al. [76] ont développé une grille permettant de localiser le *PC* à 10 μm près (0,04%) et d'observer des déplacements de ce dernier de 0,5 μm . Ce déplacement est cependant déterminé manuellement à partir d'une observation à l'œil nu des ombres provoquées par la grille sur le scintillateur.

Récemment, des méthodes automatisées dites de *pattern matching* ont été proposées, dans le cadre de la technique HR-EBSD [77,78], mais également de façon plus générale pour la cartographie des orientations [40,79]. Toutes ces méthodes emploient des algorithmes de corrélation d'images numériques afin de comparer un cliché expérimental à un cliché simulé. Lorsqu'elles sont testées exclusivement à partir de clichés simulés, ces méthodes atteignent une précision de l'ordre de 0,001 à 0,003% [77,79]. Dans un échantillon de nickel, Pang et al. [79] estiment la précision de leur méthode à 0,2% sur la position du *PC* et 0,15% sur *DD*. Les performances de ces méthodes dépendent cependant de la qualité des clichés.

1.2.3.3. Conséquences de l'incertitude de calibration sur la technique HR-EBSD

Une incertitude de 0,5% sur la géométrie de projection peut introduire des déformations élastiques irréelles (*phantom strains*) de l'ordre de 10^{-3} [51,56,80]. Leur variation à travers la carte d'orientation doit également être prise en compte. Le déplacement du *PC* génère une translation du cliché cible par rapport à la référence

tandis qu'une variation de la distance DD provoque un changement d'échelle centré sur le cliché. Ces effets doivent être estimés et retranchés des translations mesurées avant le calcul de la solution. A partir de clichés simulés, Villert et al. [51] montrent d'ailleurs que le déplacement relatif du PC entre le cliché de référence et le cliché cible a un effet plus critique sur la précision que l'incertitude sur la position absolue du PC . Ils recommandent donc de privilégier le déplacement de la platine (*stage scanning*) au balayage du faisceau (*beam scanning*) lorsque c'est possible.

Tous les échantillons ne présentant pas de région supposée non contrainte pour le choix de la référence, Kacher et al. [80] ont proposé d'utiliser un cliché simulé associé à un état non déformé. Leur travail a fait l'objet d'un commentaire de Maurice et al. [69] qui ont souligné qu'une telle approche ne peut fonctionner qu'à condition que les paramètres de calibration utilisés pour la simulation correspondent à ceux du cliché expérimental. L'incertitude de calibration est donc le principal obstacle à la mesure des déformations élastiques absolues.

Enfin, Niezgoda et al. [81] rappellent que la technique du *remapping* est autant affectée par une erreur sur la calibration que peut l'être l'utilisation d'une référence simulée. Britton et al. [53] défendent leur méthode en estimant qu'une localisation du PC au pixel près pour un cliché de 1000 pixels de largeur (soit 0.1% d'incertitude) assure une précision de 10^{-4} . Ils concèdent qu'une incertitude plus usuelle, de l'ordre de 5 pixels (0.5%) [53,56], induirait des erreurs d'environ 6×10^{-4} . Cette valeur est cependant à rapprocher du niveau relativement faible de la déformation élastique équivalente imposée dans leur étude, à savoir $\sim 5 \times 10^{-4}$. De plus, la calibration est particulièrement difficile à faire pour des matériaux déformés plastiquement. Comme le rappellent Tanaka et Wilkinson [77], ces matériaux ne présentent pas de référence relaxée évidente et le contraste de diffraction y est dégradé. Si un *remapping* des images est nécessaire pour leur recalage, il faudrait idéalement que cette opération soit réalisée indépendamment de toute considération concernant la géométrie de projection.

A noter que Vermeij et al. [82] ont récemment proposé une méthode ne nécessitant pas de référence non contrainte pour la mesure des déformations élastiques absolues. Elle repose sur la co-corrélation de plusieurs clichés de diffraction associés à des états de déformation différents. A partir de clichés simulés dynamiquement, ils démontrent le potentiel de leur méthode, laquelle ne repose pas sur la technique HR-EBSD locale mais exploite une approche globale qui sera détaillée ultérieurement.

I.2.4. Prise en compte de la distorsion optique causée par les caméras EBSD

Le modèle mécanique décrit dans la section I.2.1 concerne les déplacements sur le scintillateur et ne prend pas en compte des éventuelles distorsions optiques causées par les lentilles des caméras EBSD.

I.2.4.1. Généralités sur les distorsions optiques

Historiquement, le modèle de Brown-Conrady [83–85] divise les effets de la distorsion en une contribution radiale et une contribution tangentielle. La distorsion radiale provient de la forme sphérique des lentilles, qui cause une réfraction de la lumière différente entre le centre et les bords de la lentille. Les lignes droites sur la Figure I.12a sont transformées (de manière ici exagérée) en arcs de cercles dessinant soit une forme de « barillet » (Figure I.12b) ou de « moustache » (Figure I.12c). Ces distorsions sont principalement corrélées à la distance focale des lentilles, les distorsions en barillet ou en moustache étant respectivement associées aux focales courtes ou longues [86]. Mingard et al. [76] ont notamment mesuré le coefficient de distorsion radiale du premier ordre de plusieurs caméras EBSD, qui dans la très grande majorité des cas sont sujettes à une distorsion en barillet.

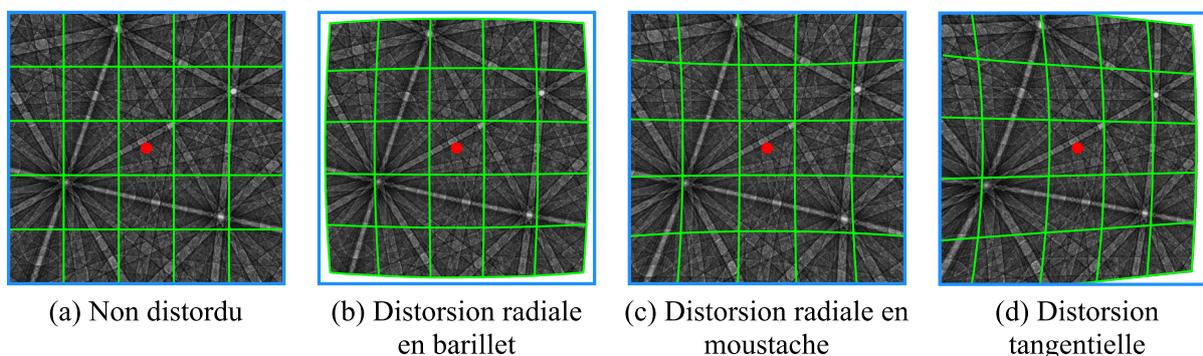


Figure I.12. Clichés simulés sujets à (a) aucune distorsion optique, (b, c) une distorsion radiale, (d) une distorsion tangentielle. Le point rouge indique la position du centre optique.

La distorsion tangentielle (Figure I.12d) provient des défauts de positionnement, c'est-à-dire de l'excentration de l'axe optique ou du défaut de parallélisme des différentes lentilles les unes par rapport aux autres, mais également par rapport au capteur photographique de la caméra. Son effet est généralement moins marqué que celui de la distorsion radiale [87,88]. Bien qu'elles soient souvent décrites mathématiquement de manière indépendante, les distorsions radiale et tangentielle sont physiquement liées, la distorsion tangentielle étant une conséquence de la présence d'une distorsion radiale [89].

I.2.4.2. Erreur commise en négligeant la distorsion optique

Britton et al. [56] ont étudié l'influence d'une distorsion en barillet sur la précision de la technique HR-EBSD. La Figure I.13 présente les résultats de cette étude où l'approche locale est appliquée à des clichés simulés dynamiquement.

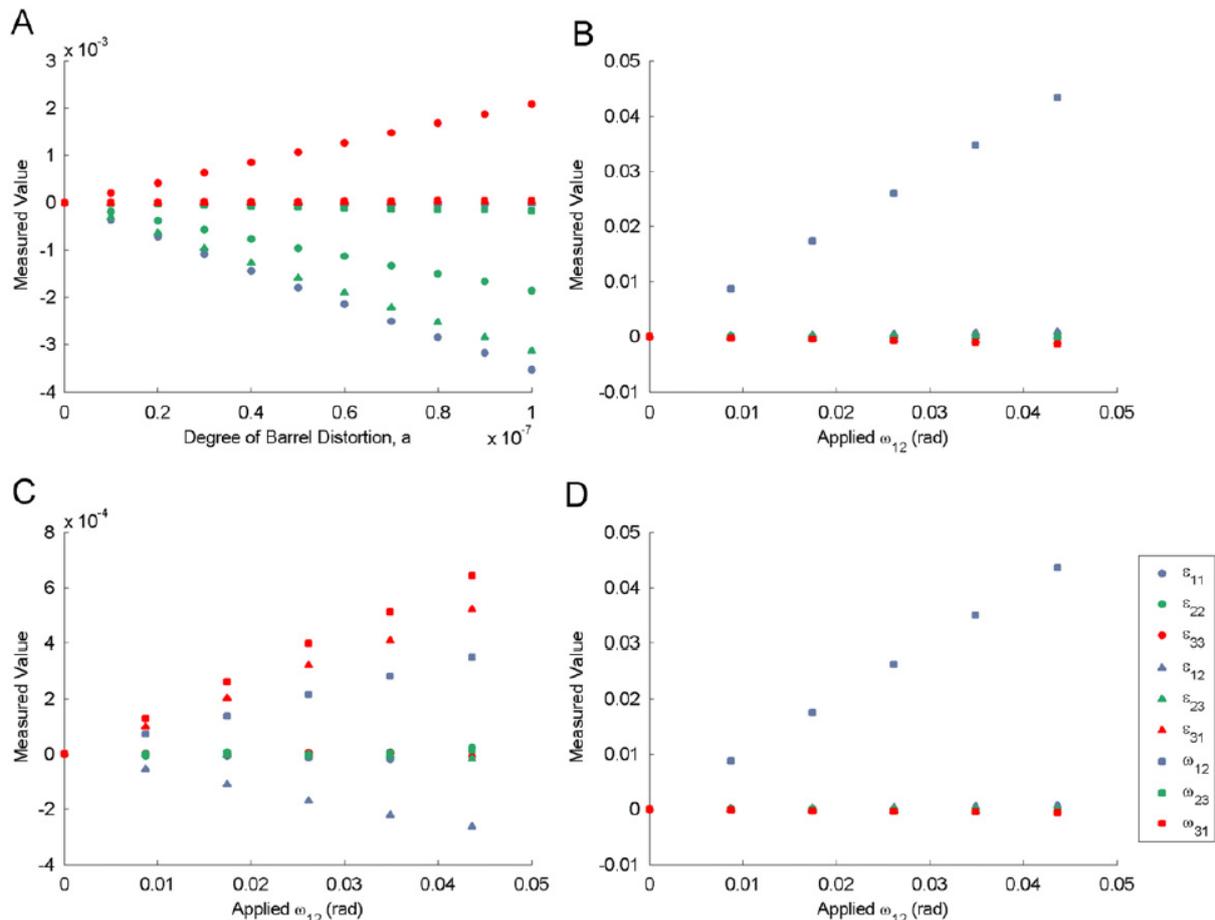


Figure I.13. Résultats extraits de l'étude de Britton et al. [56]. La méthode HR-EBSD locale est appliquée à des clichés simulés pour lesquels seule une rotation w_{12} est présente. (a) Clichés cibles distordus et cliché de référence non distordu. (b) Pas de distorsion optique. (d) Clichés cibles et cliché de référence distordus. (c) Différence de (b) et (d).

Dans un premier temps, les auteurs appliquent différentes distorsions en barillet à un cliché simulé puis ils appliquent la technique HR-EBSD locale pour comparer les clichés ainsi générés avec le cliché non distordu. Des déformations élastiques irréelles (*phantom strains*) de l'ordre de 1 à 3×10^{-3} sont mesurées. Elles augmentent linéairement avec l'amplitude de la distorsion appliquée (Figure I.13a). Les auteurs concluent donc qu'une correction des distorsions optiques est nécessaire si la référence n'est pas distordue. Ce n'est cependant jamais le cas en pratique, les clichés expérimentaux étant tous distordus et l'usage d'une référence simulée étant à éviter, principalement à cause

de l'incertitude sur la géométrie de projection [69]. Ce deuxième point n'était cependant pas encore établi en 2010.

Dans un second temps, une rotation w_{12} (ou bien $-w_3$) allant de 0 à $2,5^\circ$ est appliquée dans le repère de l'échantillon en considérant un état non contraint. En l'absence de distorsion optique pour tous les clichés (Figure I.13b), la technique HR-EBSD « fonctionne », toutes les composantes restant proches de zéro hormis la rotation appliquée (carrés bleus). L'expérience est reconduite en présence d'une distorsion radiale en barillet de 10^{-7} appliquée à tous les clichés. Les résultats (Figure I.13c) sont visuellement proches de ceux obtenus sans distorsion (Figure I.13b). Pour plus de lisibilité, les auteurs tracent la différence des deux mesures (Figure I.13c). Ils notent que la distorsion optique provoque une erreur d'au plus $6,1 \times 10^{-4}$ sur l'une des composantes de déformation élastique, ce qui ne représente d'après eux qu'environ 1,5% de la valeur appliquée ($2,5^\circ \approx 4,3 \times 10^{-2}$ radians). Ils concluent leur étude en stipulant qu'il est inutile de corriger les distorsions optiques lorsque la référence et la cible sont distordus de la même manière : « *No such correction is needed if both test and reference patterns are recorded from the same specimen with unchanged camera or beam positioning between them.* »

A noter que jusqu'à présent, les clichés de diffraction étaient prétraités avant l'analyse afin de corriger les effets de la distorsion. Dans cette thèse, une méthode de correction évitant cette étape sera proposée au Chapitre III. Dans le cadre de sa validation numérique au Chapitre IV, l'erreur commise en négligeant une distorsion optique radiale sera étudiée et révélera que certains des résultats de l'étude de Britton et al. [56] sont à nuancer.

I.3. Emergence de nouvelles approches globales

La première année de thèse a été consacrée à l'implémentation de la méthode de Wilkinson et al. [1] dans le logiciel ATEX-software [90] développé au laboratoire dans le but de l'appliquer à la TKD on-axis. Ce travail s'est heurté à plusieurs zones d'ombre entourant la mise en œuvre de la méthode ainsi qu'à des contradictions dans la littérature. Cette section, plus critique à l'égard de l'approche locale, détaille dans un premier temps certaines d'entre elles.

Dans un souci d'amélioration et de clarification de la méthode locale, la recherche bibliographique a été étendue aux techniques de recalage d'image et plus précisément aux méthodes de mesure de déplacements et déformations surfaciques. Finalement, une nouvelle technique HR-EBSD/HR-TKD a été élaborée en s'inspirant des techniques de corrélation d'images numériques appliquées aux mouchetis de peinture dans le cadre de la mécanique expérimentale. Elle repose sur une mesure globale à travers une unique et grande région d'intérêt. En parallèle de son développement, trois autres méthodes globales ont été publiées à quelques mois d'intervalle seulement [91–93]. Elles sont succinctement présentées dans un second temps, en s'intéressant notamment à leurs performances, en comparaison avec l'approche locale.

I.3.1. Questions et controverses entourant l'approche locale

I.3.1.1. Incertitude sur les paramètres de mesure à utiliser

Le caractère local de la mesure soulève un certain nombre d'interrogations concernant le choix de la taille, du nombre et de la disposition des régions d'intérêt ainsi que de la pondération des différentes mesures.

En premier lieu, le domaine de validité de l'hypothèse d'une translation entre les deux imageries restent, de mon point de vue, peu étudié. Si l'utilisation d'imageries de 256×256 pixels fait consensus pour des clichés de 1000×1000 pixels [1,68], ce choix résulte surtout d'un compromis entre des imageries relativement petites (64×64 et 128×128) ou relativement grandes (512×512 , soit plus d'un quart du cliché). La question de la taille minimale, optimale ou maximale des imageries pour une taille de cliché donnée reste ouverte.

De même, le nombre de régions à utiliser en pratique mériterait d'être clarifié comme l'ont récemment souligné Shi et al. [93]. Si Wilkinson et al. [1] recommandent initialement l'utilisation de 20 imageries, ce nombre varie fortement d'une étude à l'autre. Il est même fréquent que 100 [53,59,93] voire 200 [58,62,91] imageries soient

utilisées. Le coût numérique est alors décuplé, sans qu'aucune explication ne soit donnée quant aux motivations de ce choix.

Il existe peu d'études du biais lié au nombre et à la disposition des régions [52,59,68]. A partir de clichés simulés, Jäpel [68] constate que la taille et la position des imagettes peut induire une erreur (norme matricielle) allant jusqu'à 3×10^{-4} sur les déformations élastiques. Il conclut qu'il s'agit de la troisième source d'erreur de la technique HR-EBSD pour la détermination des contraintes internes, après la désorientation et l'incertitude sur la calibration. Maurice et al. [52] observent également une forte influence de la disposition des imagettes sur le signe et l'amplitude de l'erreur. Leur étude vise cependant avant tout à illustrer les limites de l'hypothèse des petites perturbations en présence de rotations supérieures à $\sim 0.6^\circ$.

Enfin, le résultat du calcul itératif de la solution [56,59] dépend essentiellement des poids initiaux, lesquels déterminent la première estimation de la solution, à partir de laquelle de nouveaux poids seront fixés. Si la hauteur de pic est prise en compte dans la définition des poids initiaux, aucune formule explicite n'est donnée. De plus, la hauteur de pic ne semble pas être un critère suffisant, une translation aberrante n'étant pas systématiquement associée à une hauteur de pic faible [59]. Le phénomène semble davantage concerner les imagettes au voisinage d'un axe de zone ou le long d'une bande de facteur de structure élevé [56].

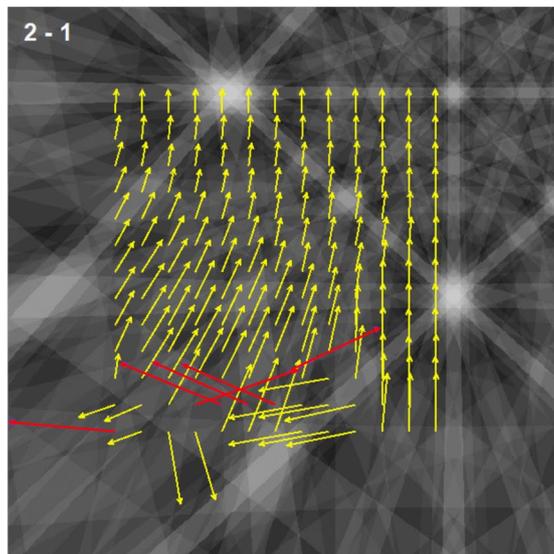


Figure I.14. Mesures de translation par la technique de Fourier (FT-CC) sur un cliché simulé cinématiquement avec le logiciel Bruker Esprit DynamicS. Les flèches rouges indiquent les mesures associées à une hauteur de pic normalisée inférieure à 0,3.

Des tentatives ont été menées durant la thèse afin d'identifier de manière automatisée et fiable tous les déplacements aberrants. La taille du voisinage utilisée pour l'interpolation gaussienne du pic (dont les modalités restent également à préciser) a par exemple été intégrée au calcul des poids initiaux. Afin de détecter des discontinuités importantes du champ de déplacement, la norme et la direction d'un déplacement ont été comparées à ceux de ses plus proches voisins. Il arrive cependant que les déplacements aberrants soient regroupés comme l'illustre la [Figure I.14](#). Ce phénomène fait écho à Ruggles et al. [91], qui évoquent un biais lié à la « corrélation spatiale » de régions d'intérêt. Ils soulignent qu'outre la redondance des calculs, le recouvrement des régions d'intérêt revient à donner un poids plus important à certains pixels.

I.3.1.2. Controverses et contradictions autour des performances de la méthode

Si les techniques de *remapping* ont été validées numériquement [52,53], leurs performances sont remises en cause par Niezgodna et al. [81] qui obtiennent des erreurs de l'ordre de 10^{-3} , y compris à faible désorientation. Les auteurs ont cependant utilisé des clichés simulés cinématiquement, lesquels conduisent à des erreurs plus élevées que des clichés simulés dynamiquement [51]. S'ils reconnaissent que les erreurs ne sont pas comparables, ils soutiennent que la présence de déformation élastique plus élevée influencerait négativement sur la précision.

Il faut attendre deux études récentes, en 2018 par Ruggles et al. [91] et en 2020 par Zhu et al. [62], pour que les remarques de Niezgodna et al. [81] soient étayées, même si les erreurs obtenues ne sont toutefois pas aussi élevées. Comme le montre la [Figure I.15](#), les niveaux d'erreur de ces deux études concordent et contredisent ceux obtenus par Maurice et al. [52] et Britton et al. [53]. L'erreur sur les déformations élastiques augmente en effet avec l'angle de désorientation pour dépasser $\sim 2 \times 10^{-4}$ dès 2° de désorientation dans le cas d'un *remapping* simple ([Figure I.15a](#), courbe bleu clair) et dès 6° dans le cas d'un *remapping* itératif ([Figure I.15a](#), courbe bleu foncé, et [Figure I.15b](#)).

Le *remapping* itératif apparaît ici plus performant que le *remapping* simple utilisé par Maurice et al. [52]. Ces derniers obtiennent pourtant une erreur dix fois plus faible, y compris à des désorientations plus élevées (15°). A noter que toutes ces études considèrent des clichés ayant des tailles relativement similaires : 1344×1024 pixels [52], 1000×1000 [53], 1244×1024 [62] et 960×960 [91]. De nombreux détails d'implémentation pourraient néanmoins expliquer, dans une certaine mesure, les disparités observées entre toutes ces études.

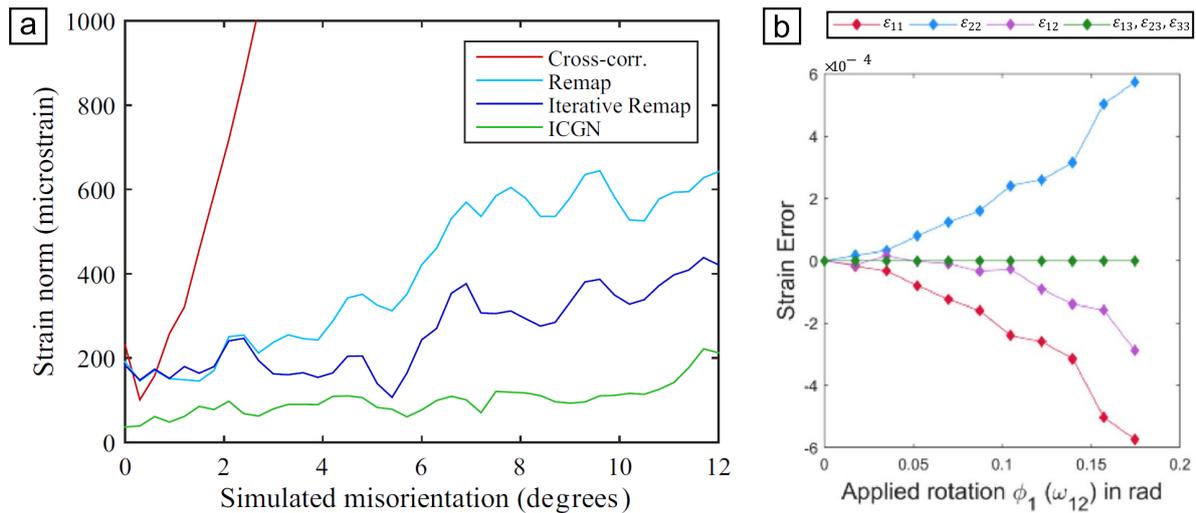


Figure I.15. (a) Figure extraite de Ruggles et al. [91]. Norme matricielle de l'erreur sur les déformations élastiques en fonction de la désorientation angulaire pour différentes techniques HR-EBSD (une déformation élastique équivalente de $\sim 5 \times 10^{-3}$ est imposée). (b) Figure extraite Zhu et al. [62]. Erreur sur les déformations élastiques en fonction de la rotation appliquée dans le cas d'une approche locale avec un *remapping* itératif (aucune déformation élastique n'est appliquée).

Enfin, force est de constater que des travaux d'une même équipe peuvent être contradictoires. Par exemple, Britton et al. [59] concluent que la méthode standard de Wilkinson et al. [1] donne des résultats « fiables » (« *reliable strain and rotation measurements* ») jusqu'à 9° de désorientation et que l'introduction de poids pour un calcul « robuste » de la solution permet d'étendre cette plage angulaire jusqu'à 11° . Un an plus tard, les mêmes auteurs montrent que l'erreur de la méthode « robuste » augmente fortement dès 3° de désorientation [53] (Figure 8a dans la référence). Ce second résultat est plus cohérent avec Maurice et al. [69] où des translations aberrantes apparaissent à partir de $\pm 4^\circ$ de rotation.

I.3.2. De nouvelles approches HR-EBSD globales

I.3.2.1. Corrélation d'images numériques globale et intégrée

Vermeij et Hoefenagels [92], Ruggles et al. [91] puis Shi et al. [93] ont proposé des méthodes de corrélation d'images numériques (CIN, ou DIC pour *digital image correlation*) globale et intégrée pour la HR-EBSD. L'approche est globale car la mesure du champ de déplacement entre le cliché de référence et le cliché cible est basée sur une unique région d'intérêt englobant l'essentiel du cliché. Contrairement à l'approche locale, cette région est déformable. La CIN est dite « intégrée » (CIN-I) car les déformations de la région d'intérêt sont décrites par un champ de déplacement dont la forme est analytiquement connue. Il s'agit en l'occurrence de l'équation (I.4)

exprimant la position \mathbf{x}' en fonction de \mathbf{x} sauf que les neuf composantes du tenseur \mathbf{F}^e sont remplacées par celles de $\widehat{\mathbf{F}}^e$, avec $\widehat{F}_{33}^e = 1$. Les huit autres composantes de $\widehat{\mathbf{F}}^e$ forment les degrés de liberté du problème de la CIN, à savoir la minimisation de la somme du carré des écarts d'intensité entre l'image de référence r et le signal cible t sur l'ensemble de la région d'intérêt :

$$\{\widehat{\mathbf{F}}^e\} = \underset{\widehat{\mathbf{F}}^e}{\operatorname{argmin}} \left(\sum_{i=1}^N [r(\mathbf{X}^{(i)}) - t(\mathbf{X}'^{(i)})]^2 \right) \quad (\text{I.19})$$

où N est le nombre de points formant la région d'intérêt, chacun étant repéré par un indice i et associé à une position $\mathbf{X}^{(i)}$ appartenant au scintillateur, et d'image $\mathbf{X}'^{(i)}$ sur le scintillateur par la transformation \mathbf{F}^e . Ainsi, l'approche par CIN-I renvoie directement le tenseur $\widehat{\mathbf{F}}^e$.

I.3.2.2. Algorithme de Gauss-Newton et estimation initiale de la solution

Le problème des moindres carrés que constitue l'équation (I.19) est non linéaire. En l'absence de solution analytique, il est résolu de manière itérative dans le domaine spatial à l'aide d'un algorithme de Gauss-Newton. Ce dernier est commun à toutes les méthodes HR-EBSD par CIN-I proposées jusqu'à présent [91–93], ainsi qu'à la méthode développée durant la thèse. Les motivations du choix de cet algorithme et son fonctionnement seront détaillés dans le [Chapitre II](#). A ce stade, il faut souligner que l'algorithme de Gauss-Newton est un schéma d'optimisation numérique local qui repose sur la linéarisation du problème des moindres carrés au voisinage de la solution. Une estimation initiale suffisamment précise de cette dernière est donc requise pour que l'algorithme converge rapidement en évitant les optimums locaux.

A partir de clichés simulés dynamiquement, Vermeij et Hoefnagels [92] observent une convergence rapide de l'algorithme FA-GN (*Forward-Additive Gauss-Newton*) vers la solution alors que l'estimation initiale désorientée de 1.73° par rapport à cette dernière. Ruggles et al. [91] notent cependant que l'algorithme IC-GN (*Inverse-Compositional Gauss-Newton*) a tendance à diverger lorsque l'estimation est désorientée de plus de 1° . L'incertitude sur l'orientation étant typiquement $0.5-1^\circ$ pour une indexation basée sur la transformée de Hough [26–28], une initialisation à partir de cette dernière devrait assurer la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton [91,92]. Expérimentalement, Shi et al. [93] n'utilisent pas l'indexation mais choisissent de prescrire la matrice identité à un point proche de la référence, puis d'utiliser la solution obtenue pour initialiser les points adjacents. Ils parviennent ainsi à étudier un joint triple dans un acier austénitique en présence de désorientations intra-granulaires jusqu'à 3° .

1.3.2.3. Des avantages multiples par rapport à l'approche locale

Les approches globales présentent à première vue plusieurs avantages par rapport à l'approche locale [91–93]:

- i. Il n'y a plus de biais lié au nombre et à la disposition des régions d'intérêt.
- ii. La solution est obtenue directement à l'issue de l'algorithme, évitant le problème de l'identification des déplacements aberrants et du biais lié à la pondération.
- iii. Le *remapping* est inclus dans l'algorithme de Gauss-Newton à travers la prise en compte des déformations relatives de la région d'intérêt.
- iv. L'utilisation d'une CIN-I permet d'inclure un ensemble de phénomènes comme la variation de la géométrie de projection [91,92], les distorsions optiques générées par les lentilles de la caméra EBSD [94], la variation de la largeur des bandes de Kikuchi pour la détermination de la dilatation hydrostatique ou la détermination absolue des déformations élastiques [82]. Evoquées en 2018 par Vermeij et Hoefenagels [92] comme des perspectives de développement, la plupart de ces points ont d'ores et déjà été réalisés comme le soulignent les différentes références.

En matière de précision, les études menées à partir de clichés simulés dynamiquement semblent indiquer que les approches globales par CIN-I surpassent les approches locales. Pour une déformation élastique équivalente de 2×10^{-3} et 1×10^{-2} , Vermeij et Hoefenagels [92] obtiennent des erreurs inférieures à 1×10^{-5} et 3×10^{-5} , respectivement, et ce en présence de désorientations allant jusqu'à 10° . Les résultats de Ruggles et al. [91] illustrés sur la [Figure I.15a](#) montrent quant à eux que la norme de l'erreur reste inférieure à $\sim 2 \times 10^{-4}$ pour des désorientations allant jusqu'à 12° (courbe verte) ce qui n'est pas le cas des approches locales. Expérimentalement, Shi et al. [93] comparent directement leur méthode au logiciel commercial BLG CrossCourt. Lorsqu'elle est appliquée à un monocristal d'acier 316L en flexion 4-points, leur approche présente une incertitude de mesure 15 à 35% plus faible (entre $2,8 \times 10^{-5}$ et $3,6 \times 10^{-5}$ contre $4,3 \times 10^{-5}$).

En matière de vitesse d'exécution, aucune des deux méthodes ne semble clairement l'emporter. Vermeij et Hoefenagels [92] observent que leur approche globale est trois fois plus lente qu'une approche locale avec *remapping*, tandis que la méthode de Shi et al. [93] implémentée sous MATLAB est 60% à 90% plus rapide que le logiciel commercial CrossCourt, selon que 24 ou 96 régions sont utilisées. En prenant

comme référence le temps d'une analyse locale sans *remapping*, la méthode de Ruggles et al. [91] est 20% plus rapide qu'une approche locale avec *remapping* itératif et 2,4 fois plus lente dans le cas d'un *remapping* simple.

I.4. Points principaux

- Les configurations EBSD et la TKD on-axis sont utilisées dans cette thèse. Récemment développée au laboratoire, la TKD on-axis [2,3] est une amélioration de la configuration off-axis [13]. En observant une lame en transmission dans un microscope électronique à balayage, la technique TKD offre une résolution spatiale latérale effective de quelques nanomètres et sa sélectivité en profondeur en font un outil idéal pour l'étude des matériaux nanocristallins.
- Les orientations cristallographiques sont déterminées de manière standard par l'indexation basée sur la transformée de Hough avec une précision typique de 0,5 à 1° [26–28]. Ces dernières années, de nouvelles méthodes [32–38,40] plus robustes face au bruit ont été proposées. Leur précision sur les orientations atteint jusqu'à 0,1° à 0,2° pour un système précisément calibré [28]. Elles sont encore peu appliquées et leur coût numérique est élevé en comparaison à l'indexation par la transformée de Hough. Leur précision sur l'axe de désorientation, paramètre clef dans ce travail de thèse, n'est pas encore établie.
- L'incertitude sur les orientations impacte directement la précision sur l'angle et l'axe de désorientation, dont la connaissance est essentielle pour l'observation et la compréhension des mécanismes microstructuraux de déformation. Des techniques à haute résolution angulaire (HR-EBSD) ont été développées afin de mesurer les déformations élastiques et les rotations du cristal entre deux points de la carte d'orientation. Elles déterminent pour cela le champ de déplacement entre un cliché de référence et un cliché cible avec une précision inférieure à la taille du pixel.
- Expérimentalement, la technique HR-EBSD atteint une précision de 1×10^{-4} ($\sim 0,006^\circ$) dans des semi-conducteurs [51]. Outre la qualité des clichés, les performances de la méthode dépendent de la prise en compte de la distorsion optique des caméras ainsi que de l'incertitude sur la géométrie de projection. Cette dernière reste à ce jour un facteur limitant pour la mesure précise des déformations élastiques [51,56,68,69] et un frein à l'utilisation d'un cliché de référence simulé pour la mesure des déformations élastiques absolues [56,69].

- Historiquement, Wilkinson et al. [1] ont proposé une méthode HR-EBSD locale reposant sur la mesure de translation entre plusieurs imagerie. Elle a fait l'objet de nombreuses améliorations, notamment par Maurice et al. [52] et Britton et al. [53,56,59], en particulier pour la mesure des déformations élastiques en présence de rotations supérieures au degré. Dans la littérature, certaines zones d'ombres entourent cependant la mise en œuvre de cette méthode et le choix de nombreux paramètres.
- De façon indépendante et dans la même période que cette thèse, de nouvelles approches HR-EBSD globales ont été proposées [91–93]. Elles reposent sur une unique et grande région d'intérêt pour laquelle les déformations relatives sont prises en compte. Leurs performances sont similaires, voire supérieures, à celles de l'approche locale, notamment en présence de désorientations élevées ($> \sim 6^\circ$) [91].

Chapitre II. Genèse d'une méthode alternative « globale » pour la haute-résolution angulaire.....	39
II.1. Choix d'une méthode iconique pour le recalage d'image	40
II.1.1. Méthodes géométriques ou iconiques	40
II.1.2. Motivation du choix d'une méthode iconique	40
II.2. Description paramétrique des déformations par une homographie	42
II.2.1. Notions de fonction de forme et coordonnées homogènes	42
II.2.2. L'homographie parmi les fonctions de formes les plus usuelles.....	43
II.2.3. Une homographie linéaire décrit-elle les déplacements sur le scintillateur ?	46
II.2.3.1. Lien avec le tenseur gradient de transformation déviatorique	46
II.2.3.2. Prise en compte des effets liés au déplacement du point source	47
II.2.4. Conséquence pour la mesure.....	48
II.3. Stratégie d'optimisation à l'aide d'un algorithme IC-GN.....	49
II.3.1. Optimisation par une méthode de descente de gradient	49
II.3.2. Choix d'un algorithme de Gauss-Newton par composition inverse (IC-GN).....	50
II.3.2.1. Algorithmes les plus courants	50
II.3.2.2. Intérêt de l'approche par composition inverse	50
II.3.3. Critère de corrélation normalisée à zéro	53
II.4. Discussion.....	54
II.5. Conclusions	57

Chapitre II.

Genèse d'une méthode alternative « globale » pour la haute-résolution angulaire

Ce chapitre présente le raisonnement ayant conduit au développement d'une nouvelle approche à haute résolution angulaire, proposée dans *Acta Materialia* :

- ❖ C. Ernould, B. Beausir, J.-J. Fundenberger, V. Taupin, E. Bouzy, Global DIC approach guided by a cross-correlation based initial guess for HR-EBSD and on-axis HR-TKD, *Acta Mater.* 191 (2020) 131–148.

Ce raisonnement s'est construit en partant de notions générales concernant le recalage d'images, qui consiste à déterminer la transformation géométrique spatiale et/ou d'intensité lumineuse à appliquer à une image cible T (*Target*) afin de la faire correspondre à l'image de référence R . Le problème de recalage se caractérise par les quatre critères suivants [95]:

- i. Les primitives, qui correspondent à l'information extraite des images et servant à leur recalage (points caractéristiques, contours, intensité des pixels...).
- ii. Le type de transformation, qui définit l'espace des solutions à explorer.
- iii. Le critère de similarité, qui quantifie la similitude entre les images.
- iv. La stratégie d'optimisation, qui détermine la transformation optimale entre les deux images, c'est-à-dire celle conduisant à la similitude la plus élevée.

Ce chapitre détaille les motivations du choix de ces différents critères. Il démontre également que les déplacements à l'échelle du scintillateur peuvent être décrits par une homographie linéaire. Il s'agit d'une transformation géométrique couramment utilisée en vision par ordinateur pour décrire les perspectives.

II.1. Choix d'une méthode iconique pour le recalage d'image

II.1.1. Méthodes géométriques ou iconiques

La détermination de la transformation entre les images s'appuie sur un ensemble d'éléments appelés primitives. Selon leur nature, les méthodes de recalage sont dites géométriques ou iconiques, voire hybride en combinant les deux types précédents. Zitová et Flusser [96] en proposent une revue bibliographique sur laquelle s'appuie une partie du raisonnement ayant conduit à l'émergence d'une nouvelle méthode HR-EBSD, mais également HR-TKD.

Les méthodes géométriques (*feature-based*) réduisent l'information des images à quelques éléments caractéristiques, dont le choix et l'identification est un point crucial. Il peut s'agir de points (coin, structure saillante), de courbes, voire de surfaces ayant une intensité ou une texture particulière si l'image est segmentée. Il s'agit ensuite d'appairer chaque primitive de l'image de référence à celle correspondante sur l'image cible afin d'en déduire la transformation. Les méthodes géométriques sont à privilégier, à condition que les images à recaler présentent un nombre suffisant de primitives, réparties sur toute l'image tout en étant facilement détectables, distinguables et précisément localisables.

Les méthodes iconiques (*intensity-based* ou *area-based*) n'utilisent pas de point de repère particulier mais considèrent les intensités des pixels de l'image. Elles prennent donc en compte toute l'information de l'image. Elles sont cependant sensibles aux variations d'intensité relatives comme le bruit. L'absence de réduction de l'information rend également leur coût numérique plus élevé que celui des méthodes géométriques, en particulier si les déformations mesurées sont complexes. Pour des questions de précision, les régions d'intérêt doivent être aussi grandes que possibles dès lors que les déformations relatives considérées assurent une description fidèle du champ de déplacement [96–98]. A contrario, des régions plus petites doivent être examinées, comme c'est le cas dans la technique HR-EBSD locale.

II.1.2. Motivation du choix d'une méthode iconique

Dans le cadre de la technique HR-EBSD, le contraste de diffraction contient de nombreuses structures saillantes à travers tout le cliché et pour lesquels une détection automatique est possible. Leur distinction pose cependant question. En effet, le contraste de diffraction est peu diversifié en matière de forme puisqu'il est composé exclusivement de bandes de Kikuchi. L'unicité d'une primitive est également remise

en cause par la symétrie du cristal. La mise en œuvre d'une méthode géométrique totalement automatisée semble donc laborieuse.

A l'inverse, les méthodes iconiques ont un caractère automatique du fait de l'absence de réduction des données. De plus, aucun des principaux inconvénients cités par Zitová et Flusser [96] ne paraît aujourd'hui rédhibitoire pour la technique HR-EBSD :

- i. L'approche locale a déjà démontré que même de petites régions d'intérêt (imassettes) d'un cliché de diffraction comportent une information remarquable.
- ii. Le coût numérique potentiellement élevé est contrebalancé par l'augmentation de la puissance de calcul disponible, d'autant plus que le temps d'analyse n'est ici soumis à aucun impératif strict.
- iii. La sensibilité aux variations d'intensité peut être réduite grâce aux techniques de filtrage des clichés et en utilisant des critères de similarité robustes. Une méthode iconique est donc envisagée.

II.2. Description paramétrique des déformations par une homographie

II.2.1. Notions de fonction de forme et coordonnées homogènes

Comme évoqué précédemment, la capacité à décrire fidèlement le champ de déplacement sous-jacent à une région de l'image est primordiale pour la précision de la mesure [96–98]. La fonction de forme est un modèle paramétrique décrivant les déformations possibles pour une région d'intérêt (RdI). Les paramètres de déformation sont stockés dans un vecteur \mathbf{p} et arrangés dans la fonction de forme \mathbf{W} . Elle relie les points de la RdI de référence non déformée à ceux la RdI cible déformée :

$$\xi' = \mathbf{W}(\mathbf{p}) \cdot \xi \quad (\text{II.1})$$

où ξ et ξ' sont des positions relatives par rapport à une référence arbitraire X_0 des points formant respectivement la RdI non déformée et la RdI déformée.

Comme illustré sur la [Figure II.1](#), il est possible de calculer les positions ξ et ξ' soit à partir des coordonnées absolues des points (lettres majuscules), $\xi = \mathbf{X} - \mathbf{X}_0$ et $\xi' = \mathbf{X}' - \mathbf{X}_0$, soit à partir des coordonnées relatives au PC du cliché de référence (lettres minuscules), $\xi = \mathbf{x} - \mathbf{x}_0$ et $\xi' = \mathbf{x}' - \mathbf{x}_0$, avec $\mathbf{x}_0 = \mathbf{X}_0 - \mathbf{X}^{PC}$, $\mathbf{x} = \mathbf{X} - \mathbf{X}^{PC}$ et $\mathbf{x}' = \mathbf{X}' - \mathbf{X}^{PC}$.

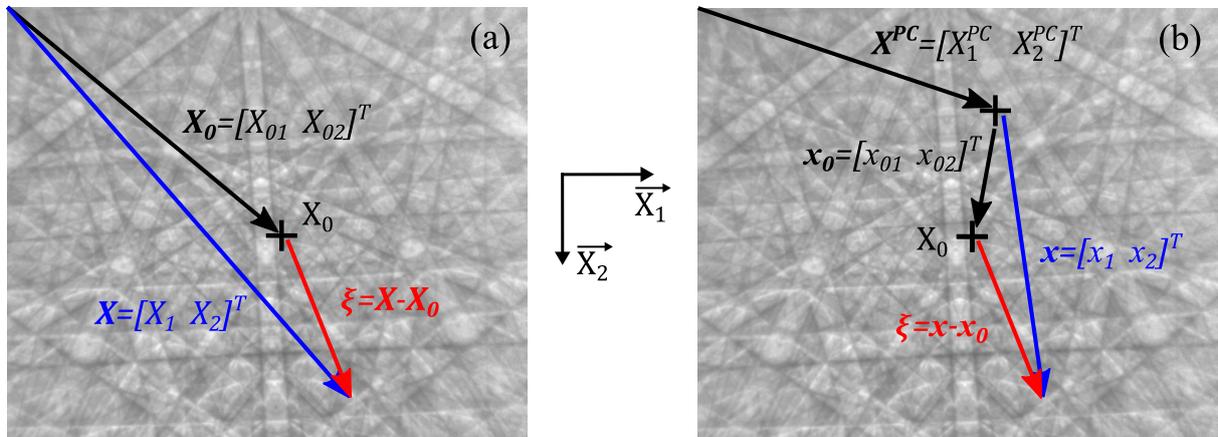


Figure II.1. Définition des positions relatives ξ (a) à partir des coordonnées absolues des points ou (b) à partir des coordonnées relatives au PC du cliché de référence.

L'équation (II.1) considère des coordonnées homogènes. Elles sont souvent préférées aux coordonnées euclidiennes dans le domaine de la vision par ordinateur. Afin d'en saisir l'intérêt et les propriétés, prenons l'exemple d'une translation plane. Les paramètres de déformation sont les déplacements t_1 et t_2 selon \bar{X}_1 et \bar{X}_2 : $\mathbf{p} = [t_1 \ t_2]^T$. En coordonnées euclidiennes, les positions dans l'image sont représentées par des vecteurs 2D, ainsi on pose $\xi = [\xi_1 \ \xi_2]^T$ et $\xi' = [\xi'_1 \ \xi'_2]^T$.

S'il paraît évident que $\xi'_i = \xi_i + t_i$ ($i = 1,2$), cette relation ne peut pas être obtenue à partir de l'équation (II.1) tant que ξ et ξ' sont des vecteurs de dimension 2. En coordonnées euclidiennes, la translation est en effet décrite comme suit :

$$\begin{bmatrix} \xi'_1 \\ \xi'_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \xi_1 \\ \xi_2 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} t_1 \\ t_2 \end{bmatrix}. \quad (\text{II.2})$$

Les coordonnées homogènes résolvent ce problème en ajoutant une dimension supplémentaire :

$$\begin{bmatrix} \xi'_1 \\ \xi'_2 \\ 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & t_1 \\ 0 & 1 & t_2 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \xi_1 \\ \xi_2 \\ 1 \end{bmatrix}. \quad (\text{II.3})$$

Un vecteur 2D en coordonnées euclidiennes, $\xi = [e_1 \ e_2]^T$, admet une infinité de représentations possibles par un vecteur 3D en coordonnées homogènes, $\xi = [h_1 \ h_2 \ h_3]^T$ avec $h_1^2 + h_2^2 + h_3^2 \neq 0$. Cette infinité de représentations découle de la propriété suivante :

$$\forall \lambda \in \mathbb{R}^*, \xi = \lambda \cdot \xi. \quad (\text{II.4})$$

Elle permet de passer des coordonnées homogènes aux coordonnées euclidiennes et inversement. En effet, les coordonnées euclidiennes et homogènes sont égales lorsque la dernière composante, propre aux coordonnées homogènes, est égale à 1. Autrement dit, si $h_3 \neq 0$, alors $\xi = (1/h_3) \cdot \xi = [h_1/h_3 \ h_2/h_3 \ 1]^T$ d'après la propriété (II.4) et par définition, $h_1/h_3 = e_1$ et $h_2/h_3 = e_2$. Si $h_3 = 0$, alors le point est à l'infini suivant le vecteur $[h_1 \ h_2]^T$.

L'utilisation de coordonnées homogènes permet d'une part de décrire des opérations géométriques affines à l'aide d'un unique produit matriciel (équation (II.1)). D'autre part, les points à l'infini admettent des coordonnées finies. Le calcul des transformations en coordonnées homogènes est alors relativement simple par rapport aux coordonnées euclidiennes. En l'absence d'indication contraire, ξ et ξ' désigneront par la suite des vecteurs 3D représentant des points du plan du scintillateur en coordonnées homogènes.

II.2.2. L'homographie parmi les fonctions de formes les plus usuelles

Le champ de déplacement sur le scintillateur étant en théorie continu (équation (I.3)), il est envisageable de le décrire à l'aide d'un modèle paramétrique. Ce dernier repose le plus souvent sur des relations polynomiales, dont l'augmentation de l'ordre et du nombre de paramètres permet la description de déformations relatives de plus en plus complexes [99]. La Figure II.2 illustre cette tendance. Elle regroupe les fonctions de forme les plus courantes [95,96,100]. A noter que des fonctions quadratiques (ordre 2) sont également parfois utilisées [97].

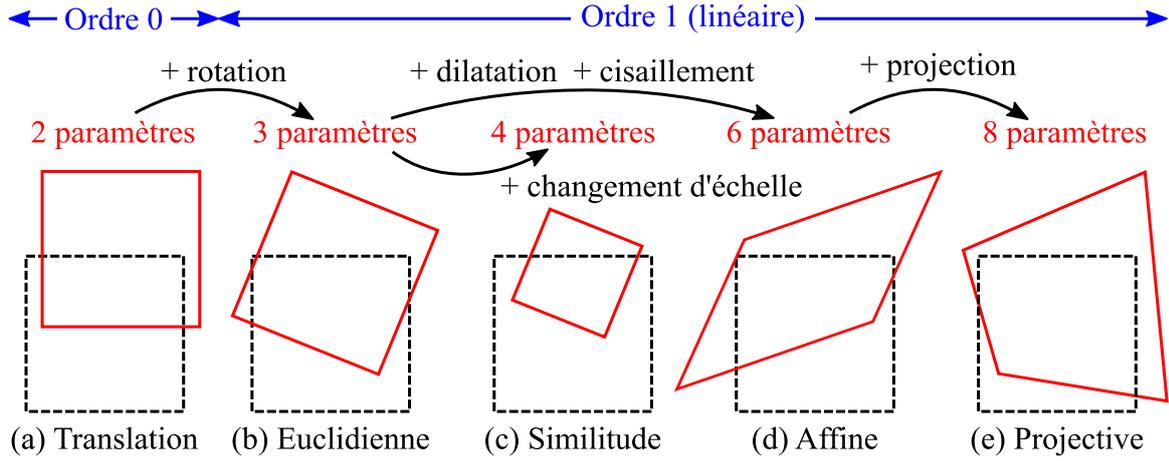


Figure II.2. Illustration des déformations relatives associées aux fonctions de forme les plus courantes de la littérature.

La méthode HR-EBSD locale considère une fonction d'ordre 0, c'est-à-dire une translation (Figure II.2a). La transformation affine linéaire (Figure II.2d) est la fonction de forme la plus répandue dans la littérature pour la mesure de déformations surfaciques par CIN (corrélation d'images numériques, ou DIC pour *digital image correlation*). Néanmoins, il est clair qu'elle ne rend pas compte de la distorsion due à la projection gnomonique. Ses six paramètres ne suffisent donc pas à décrire fidèlement le champ de déplacement à l'échelle d'un cliché de diffraction. Son utilisation sur des régions d'intérêt plus petites (imassettes) dans le cadre d'une approche HR-EBSD locale est cependant envisageable et se substituerait probablement au *remapping* itératif.

Il reste encore à considérer une transformation projective du premier ordre (Figure II.2e), aussi appelée homographie linéaire. Elle conserve les droites mais pas les angles. Sa paramétrisation implique huit paramètres de déformation h_{ij} ,

$$\mathbf{p} = [h_{11} \ h_{12} \ h_{13} \ h_{21} \ h_{22} \ h_{23} \ h_{31} \ h_{32}]^T, \quad (\text{II.5})$$

classiquement arrangés dans la fonction de forme comme suit [101,102] :

$$\mathbf{W}(\mathbf{p}) = \begin{bmatrix} 1 + h_{11} & h_{12} & h_{13} \\ h_{21} & 1 + h_{22} & h_{23} \\ h_{31} & h_{32} & 1 \end{bmatrix}. \quad (\text{II.6})$$

L'effet de chaque paramètre est illustré sur la Figure II.3. La ressemblance avec les déplacements observés sur le scintillateur (Figure I.8) est frappante. De plus, l'expression des coordonnées déformées par l'homographie

$$\begin{bmatrix} \xi'_1 \\ \xi'_2 \\ 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} (1 + h_{11}) \cdot \xi_1 + h_{12} \cdot \xi_2 + h_{13} \\ h_{31} \cdot \xi_1 + h_{32} \cdot \xi_2 + 1 \\ h_{21} \cdot \xi_1 + (1 + h_{22}) \cdot \xi_2 + h_{23} \\ h_{31} \cdot \xi_1 + h_{32} \cdot \xi_2 + 1 \\ 1 \end{bmatrix} \quad (\text{II.7})$$

semble à première vue analogue à celle des images des points par la transformation $\widehat{\mathbf{F}}^e$, qui fait également intervenir les huit paramètres que sont les composantes \widehat{F}_{ij}^e (hors $\widehat{F}_{33}^e = 1$) :

$$\begin{bmatrix} X'_1 \\ X'_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} DD \cdot (\widehat{F}_{11}^e \cdot x_1 + \widehat{F}_{12}^e \cdot x_2 + DD) \\ \widehat{F}_{31}^e \cdot x_1 + \widehat{F}_{32}^e \cdot x_2 + DD \\ DD \cdot (\widehat{F}_{21}^e \cdot x_1 + \widehat{F}_{22}^e \cdot x_2 + DD) \\ \widehat{F}_{31}^e \cdot x_1 + \widehat{F}_{32}^e \cdot x_2 + DD \end{bmatrix}. \quad (\text{II.8})$$

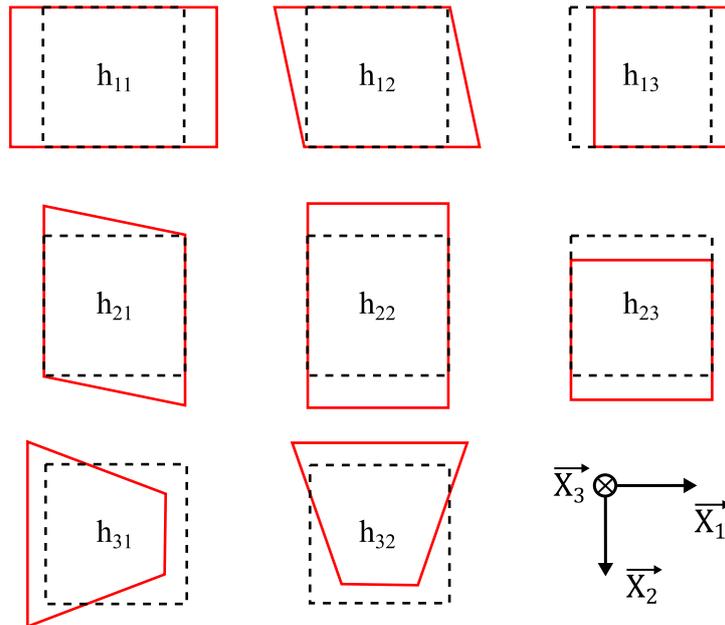


Figure II.3. Illustration des déformations relatives associées aux différents paramètres h_{ij} de l'homographie paramétrée suivant l'équation (II.6).

A noter que la relation (II.7) est obtenue à partir des équations (II.1) et (II.6) en considérant $\xi = [\xi_1 \ \xi_2 \ 1]^T$ puis en divisant les composantes de ξ' par la troisième, laquelle est raisonnablement supposée non-nulle. Dans le cas contraire l'homographie est dite dégénérée, c'est-à-dire que la région d'intérêt déformée est réduite à une droite. Ces observations sont prometteuses quant à l'utilisation d'une homographie linéaire dans le cadre de la technique HR-EBSD.

II.2.3. Une homographie linéaire décrit-elle les déplacements sur le scintillateur ?

Il s'agit maintenant d'établir dans quelle mesure une homographie est adaptée à la description des déplacements sur le scintillateur. Tout d'abord, il faut établir le lien entre les paramètres de déformation de l'homographie h_{ij} et les composantes \hat{F}_{ij}^e du tenseur gradient de transformation déviatorique, s'il existe. Ensuite, les effets d'une variation des paramètres de calibration sur la mesure doivent être pris en compte.

II.2.3.1. Lien avec le tenseur gradient de transformation déviatorique

Les coordonnées relatives des points sont utilisées dans l'équation (II.8). En conséquence, $[x_1 - x_{01} \quad x_2 - x_{02} \quad 1]^T$ est choisi comme représentation de $\xi = \mathbf{x} - \mathbf{x}_0$. La position ξ' est ensuite calculée à partir des équations (II.1) et (II.6), ce qui après développement donne :

$$\begin{bmatrix} \xi'_1 \\ \xi'_2 \\ \xi'_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} (1 + h_{11}) \cdot x_1 + h_{12} \cdot x_2 + h_{13} - (h_{11} + 1) \cdot x_{01} - h_{12} \cdot x_{02} \\ h_{21} \cdot x_1 + (1 + h_{22}) \cdot x_2 + h_{23} - h_{21} \cdot x_{01} - (1 + h_{22}) \cdot x_{02} \\ h_{31} \cdot x_1 + h_{32} \cdot x_2 + 1 - h_{31} \cdot x_{01} - h_{32} \cdot x_{02} \end{bmatrix}. \quad (\text{II.9})$$

Une autre représentation possible est obtenue en multipliant le côté droit de l'équation (II.9) par DD/β où $\beta = 1 - h_{31} \cdot x_{01} - h_{32} \cdot x_{02}$ puis en factorisant les deux premières composantes de ξ' par DD :

$$\begin{bmatrix} \xi'_1 \\ \xi'_2 \\ \xi'_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} DD \cdot \left(\frac{1 + h_{11}}{\beta} \cdot x_1 + \frac{h_{12}}{\beta} \cdot x_2 + \frac{h_{13} - (1 + h_{11}) \cdot x_{01} - h_{12} \cdot x_{02}}{DD \cdot \beta} \cdot DD \right) \\ DD \cdot \left(\frac{h_{21}}{\beta} \cdot x_1 + \frac{1 + h_{22}}{\beta} \cdot x_2 + \frac{h_{23} - h_{21} \cdot x_{01} - (1 + h_{22}) \cdot x_{02}}{DD \cdot \beta} \cdot DD \right) \\ \frac{DD \cdot h_{31}}{\beta} \cdot x_1 + \frac{DD \cdot h_{32}}{\beta} \cdot x_2 + DD \end{bmatrix}. \quad (\text{II.10})$$

Les composantes de ξ' sont divisées par la troisième afin de revenir aux coordonnées euclidiennes,

$$\begin{bmatrix} x'_1 - x_{01} \\ x'_2 - x_{02} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} DD \cdot \frac{\left(\frac{1 + h_{11}}{\beta} \cdot x_1 + \frac{h_{12}}{\beta} \cdot x_2 + \frac{h_{13} - (1 + h_{11}) \cdot x_{01} - h_{12} \cdot x_{02}}{DD \cdot \beta} \cdot DD \right)}{\frac{DD \cdot h_{31}}{\beta} \cdot x_1 + \frac{DD \cdot h_{32}}{\beta} \cdot x_2 + DD} \\ DD \cdot \frac{\left(\frac{h_{21}}{\beta} \cdot x_1 + \frac{1 + h_{22}}{\beta} \cdot x_2 + \frac{h_{23} - h_{21} \cdot x_{01} - (1 + h_{22}) \cdot x_{02}}{DD \cdot \beta} \cdot DD \right)}{\frac{DD \cdot h_{31}}{\beta} \cdot x_1 + \frac{DD \cdot h_{32}}{\beta} \cdot x_2 + DD} \end{bmatrix} \quad (\text{II.11})$$

en remarquant que $\xi'_i/\xi'_3 = x'_i - x_{0i}$ ($i = 1,2$) puisque par définition, $\xi' = \mathbf{x}' - \mathbf{x}_0$. Il ne reste plus qu'à isoler les coordonnées x'_i . Une identification terme à terme de l'expression alors obtenue avec l'équation (II.8) conduit à la relation suivante :

$$\hat{\mathbf{F}}^e = \frac{1}{\beta_0} \begin{bmatrix} 1 + \hat{h}_{11} + \hat{h}_{31} \cdot x_{02} & \hat{h}_{12} + \hat{h}_{32} \cdot x_{01} & \frac{\hat{h}_{13} - \hat{h}_{11} \cdot x_{01} - \hat{h}_{12} \cdot x_{02} + x_{01} \cdot (\beta_0 - 1)}{DD} \\ \hat{h}_{21} + \hat{h}_{31} \cdot x_{02} & 1 + \hat{h}_{22} + \hat{h}_{32} \cdot x_{01} & \frac{\hat{h}_{23} - \hat{h}_{21} \cdot x_{01} - \hat{h}_{22} \cdot x_{02} + x_{02} \cdot (\beta_0 - 1)}{DD} \\ DD \cdot \hat{h}_{31} & DD \cdot \hat{h}_{32} & \beta_0 \end{bmatrix} \quad (\text{II.12})$$

avec $\beta_0 = 1 - \hat{h}_{31} \cdot x_{01} - \hat{h}_{32} \cdot x_{02}$.

Une homographie linéaire décrit donc parfaitement le champ de déplacement induit par une transformation $\hat{\mathbf{F}}^e$. Cette dernière se déduit des paramètres de déformation de l'homographie connaissant les paramètres de calibration de la référence (DD, x_{01}, x_{02}) et réciproquement :

$$\begin{bmatrix} h_{11} & h_{12} & h_{13} \\ h_{21} & h_{22} & h_{23} \\ h_{31} & h_{32} & 1 \end{bmatrix} = \frac{1}{\gamma_0} \begin{bmatrix} \gamma_{11} & DD \cdot \hat{F}_{12}^e - \hat{F}_{32}^e \cdot x_{01} & \gamma_{13} \\ DD \cdot \hat{F}_{21}^e - \hat{F}_{31}^e \cdot x_{02} & \gamma_{22} & \gamma_{23} \\ \hat{F}_{31}^e & \hat{\gamma}_{32}^e & 1 \end{bmatrix} \quad (\text{II.13})$$

où $\gamma_0 = DD + \hat{F}_{31}^e \cdot x_{01} + \hat{F}_{32}^e \cdot x_{02}$

$$\gamma_{11} = DD \cdot \hat{F}_{11}^e - \hat{F}_{31}^e \cdot x_{01} - \gamma_0$$

$$\gamma_{22} = DD \cdot \hat{F}_{22}^e - \hat{F}_{32}^e \cdot x_{02} - \gamma_0$$

$$\gamma_{13} = DD \cdot [(\hat{F}_{11}^e - 1) \cdot x_{01} + \hat{F}_{12}^e \cdot x_{02} + \hat{F}_{13}^e \cdot DD] + x_{01} \cdot (DD - \gamma_0)$$

$$\gamma_{23} = DD \cdot [\hat{F}_{21}^e \cdot x_{01} + (\hat{F}_{22}^e - 1) \cdot x_{02} + \hat{F}_{23}^e \cdot DD] + x_{02} \cdot (DD - \gamma_0)$$

A noter que cette équation, obtenue en inversant l'équation (II.12), n'est valable que si $\hat{F}_{33}^e = 1$.

II.2.3.2. Prise en compte des effets liés au déplacement du point source

La translation et le changement d'échelle du cliché engendrés par le déplacement du point source durant le balayage, $\delta PC = [\delta_1 \ \delta_2 \ \delta DD]^T$ (en coordonnées euclidiennes), doivent être corrigés. Ces effets sont pris en compte par l'homographie comme le suggère l'illustration des effets des paramètres de déformation h_{13} et h_{23} d'une part et h_{11} et h_{22} d'autre part sur la [Figure II.3](#).

Le déplacement du PC provoque une translation uniforme du cliché : $x'_i = x_i + \delta_i$ ($i = 1, 2$), soit $\xi'_i = \xi_i + \delta_i$ avec $\xi_i = x_i - x_{0i}$ et $\xi'_i = x'_i - x_{0i}$. Cette translation est décrite par la matrice

$$\mathbf{T} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & \delta_1 \\ 0 & 1 & \delta_2 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}. \quad (\text{II.14})$$

La variation δDD de la distance échantillon détecteur DD génère un changement d'échelle de facteur α par rapport au PC : $x'_i = \alpha \cdot x_i$ ($i = 1, 2$), soit

$\xi'_i = \alpha \cdot \xi_i + x_{0i} \cdot (\alpha - 1)$ en remarquant que $\alpha \cdot x_i = \alpha \cdot (x_i - x_{0i}) + \alpha \cdot x_{0i}$. Ce changement d'échelle est décrit par la matrice

$$\mathbf{S} = \begin{bmatrix} \alpha & 0 & x_{01} \cdot (\alpha - 1) \\ 0 & \alpha & x_{02} \cdot (\alpha - 1) \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}. \quad (\text{II.15})$$

Les coordonnées relatives x_{0i} étant définies par rapport au *PC* du cliché de référence, le changement d'échelle doit donc lui être appliqué avant sa translation. Les effets d'une variation de la géométrie de projection sont conséquemment décrits par la transformation $\mathbf{T} \cdot \mathbf{S}$. Elle contribue à la valeur des paramètres h_{ij} mesurés qui doivent être corrigés avant le calcul de la solution $\hat{\mathbf{F}}^e$. Le vecteur de déformation $\hat{\mathbf{p}}$ stockant les paramètres corrigés \hat{h}_{ij} s'obtient en compensant la transformation $\mathbf{T} \cdot \mathbf{S}$ comme suit :

$$\mathbf{W}(\hat{\mathbf{p}}) = (\mathbf{T} \cdot \mathbf{S})^{-1} \cdot \mathbf{W}(\mathbf{p}) \quad (\text{II.16})$$

avec

$$(\mathbf{T} \cdot \mathbf{S})^{-1} = \begin{bmatrix} \frac{1}{\alpha} & 0 & -\frac{\delta_1 + x_{01} \cdot (\alpha - 1)}{\alpha} \\ 0 & \frac{1}{\alpha} & -\frac{\delta_2 + x_{02} \cdot (\alpha - 1)}{\alpha} \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}. \quad (\text{II.17})$$

Une fois développée, l'équation (II.16) conduit aux relations suivantes :

$$\begin{bmatrix} \hat{h}_{11} & \hat{h}_{12} & \hat{h}_{13} \\ \hat{h}_{21} & \hat{h}_{22} & \hat{h}_{23} \\ \hat{h}_{31} & \hat{h}_{32} & 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{h_{11} + 1 - \gamma_1 \cdot h_{31}}{\alpha} - 1 & \frac{h_{12} - \gamma_1 \cdot h_{32}}{\alpha} & \frac{h_{13} - \gamma_1}{\alpha} \\ \frac{h_{21} - \gamma_2 \cdot h_{31}}{\alpha} & \frac{h_{22} + 1 - \gamma_2 \cdot h_{32}}{\alpha} - 1 & \frac{h_{23} - \gamma_2}{\alpha} \\ h_{31} & h_{32} & 1 \end{bmatrix}, \quad (\text{II.18})$$

où $\gamma_i = \delta_i + x_{0i} \cdot (\alpha - 1)$ avec $i = 1, 2$.

II.2.4. Conséquence pour la mesure

Cette section a montré qu'une homographie linéaire est parfaitement adaptée au problème de la HR-EBSD. L'homographie offre une description mathématiquement équivalente aux formules de mécanique, c'est-à-dire des déplacements observés sur le scintillateur sous l'effet d'une transformation $\hat{\mathbf{F}}^e$ et de la variation des paramètres de projection. Connaissant la géométrie de projection, la transformation $\hat{\mathbf{F}}^e$ recherchée se déduit analytiquement des paramètres de déformation h_{ij} mesurés. En conséquence, une seule région d'intérêt suffit pour le recalage du cliché cible par rapport au cliché de référence. Cette région devant être idéalement la plus grande possible [96–98], la totalité du cliché de référence peut être considérée. En pratique, la région d'intérêt exclura les bords du cliché où le signal est particulièrement bruité.

II.3. Stratégie d'optimisation à l'aide d'un algorithme IC-GN

Il faut désormais déterminer, parmi l'ensemble des homographies possibles, celle qui assure un recalage optimal du cliché de référence avec la cible. Cela suppose de définir un critère de similarité et de disposer d'une stratégie afin de l'optimiser.

II.3.1. Optimisation par une méthode de descente de gradient

Dans le cadre des approches iconiques, une exploration exhaustive de l'ensemble des solutions possibles est la seule méthode permettant de déterminer à coup sûr la transformation optimale entre les images à recaler [96]. Une telle approche est typiquement utilisée pour la mesure de translation, à l'image de la technique HR-EBSD locale. Elle est cependant inadaptée à la mesure de déformations relatives, le coût numérique augmentant considérablement [96,97].

La mesure de déformations relatives avec une précision inférieure à la taille d'un pixel emploie classiquement des algorithmes itératifs de type méthode de descente de gradient. Ils minimisent les résidus au sens des moindres carrés, c'est-à-dire sur la somme des différences au carré des intensités entre la RdI de référence et la RdI cible. Elle constitue le critère de similarité dont la direction de plus grande pente (gradient) est calculée itérativement. Pour cela, des méthodes numériques d'optimisation de type Newton-Raphson, Gauss-Newton ou Levenberg-Marquardt, convergeant vers un minimum local, sont employées. Afin que ce minimum corresponde au minimum global du critère de similarité, une estimation initiale suffisamment précise de la solution est nécessaire. Elle influe également sur la vitesse de convergence [97,98].

Des méthodes stochastiques, représentées notamment par les algorithmes génétiques, offrent une meilleure robustesse face aux optima locaux [97,98]. Leur utilisation pour la mesure de déplacements et déformations surfaciques est cependant relativement récente. Les méthodes classiques de descente de gradient sont retenues puisqu'elles sont très largement utilisées et leur mise en œuvre bénéficie d'une littérature détaillée.

II.3.2. Choix d'un algorithme de Gauss-Newton par composition inverse (IC-GN)

II.3.2.1. Algorithmes les plus courants

Les algorithmes de descente de gradient les plus courants sont [98] :

- i. (FA-NR) : L'algorithme de Newton-Raphson avec une approche directe additive proposé par Bruck et al. [103] (*Forward Additive Newton-Raphson*).
- ii. (FA-GN) : L'algorithme de Gauss-Newton avec une approche directe additive (*Forward-Additive Gauss-Newton*).
- iii. (IC-GN) : L'algorithme de Gauss-Newton avec une approche par composition inverse proposé par Baker et Matthews [104] (*Inverse Compositional Gauss-Newton*).

Tous mettent en œuvre la méthode de Lucas-Kanade [105], proposée en 1981 pour la mesure du flot optique, c'est-à-dire du champ de déplacement apparent entre deux images. Partant d'une estimation initiale \mathbf{p}_0 de la solution, ces algorithmes minimisent itérativement le critère de similarité par rapport à l'incrément de déformation $\Delta\mathbf{p}$. Comme leur nom l'indique, ils se distinguent par la méthode numérique d'optimisation employée et par la manière dont la solution est mise à jour après chaque itération, laquelle sera détaillée dans la section suivante.

L'algorithme de Gauss-Newton est une modification de la méthode de Newton-Raphson avec des hypothèses simplificatrices diminuant son coût numérique sans altérer sa précision. L'algorithme FA-NR est donc exclu car il est 3 à 5 fois plus lent que l'algorithme IC-GN [106] tout en étant moins robuste au bruit [107]. Il reste à départager les algorithmes FA-GN et IC-GN. S'ils ont une précision et une vitesse de convergence similaires, notamment dans le cas d'une homographie linéaire [102], le type d'approche influe sur leur coût numérique respectif.

II.3.2.2. Intérêt de l'approche par composition inverse

L'algorithme de Lucas-Kanade [98] minimise les résidus au sens des moindres carrés, c'est-à-dire la somme des différences au carré des intensités entre les N points formant la RdI de référence et ceux formant la RdI cible. Dans sa forme originale, le critère de similarité est :

$$C_{SSD}^{FA}(\Delta\mathbf{p}) = \sum_{i=1}^N \left[T \left(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p} + \Delta\mathbf{p}) \right) - R(\mathbf{X}^{(i)}) \right]^2. \quad (\text{II.19})$$

(SSD : *sum of squared differences*) où $R(\mathbf{X}^{(i)})$ est l'intensité de l'image de référence R en $\mathbf{X}^{(i)}$ et où $T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p} + \Delta\mathbf{p}))$ est l'intensité de l'image cible T évaluée en l'image de $\mathbf{X}^{(i)}$ par la transformation $\mathbf{W}(\mathbf{p} + \Delta\mathbf{p})$. Comme l'illustre la Figure II.4, la RdI de référence est non-déformée et fixe durant tout l'algorithme. A l'inverse, la RdI cible est déformée suivant l'estimation courante \mathbf{p}_n au début de chaque itération. L'incrément de déformation $\Delta\mathbf{p}$ à lui appliquer afin de minimiser le problème non-linéaire des moindres carrés que constitue l'équation (II.19) est ensuite calculé (pour l'estimation \mathbf{p}_n considérée). Les paramètres de déformation sont enfin mis à jour suivant une approche directe additive :

$$\mathbf{p} \leftarrow \mathbf{p} + \Delta\mathbf{p}. \quad (\text{II.20})$$

Afin d'approximer l'incrément $\Delta\mathbf{p}$, la fonction de forme \mathbf{W} doit être différentiable par rapport à \mathbf{p} . En effet, l'algorithme de Lucas-Kanade linéarise la fonction T en prenant son développement en série de Taylor à l'ordre 1 au voisinage de \mathbf{p}_n , $\Delta\mathbf{p}$ étant supposé petit :

$$T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p}_n + \Delta\mathbf{p})) \approx T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p}_n)) + [\nabla T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p}_n))]^T \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}}(\xi^{(i)}, \mathbf{p}_n) \cdot \Delta\mathbf{p} \quad (\text{II.21})$$

où ∇T sont les gradients d'intensité de la cible et où $\frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}}$ est le jacobien de la fonction de forme. Il apparaît que ces deux quantités doivent être recalculées à chaque itération conformément à la nouvelle estimation de la solution.

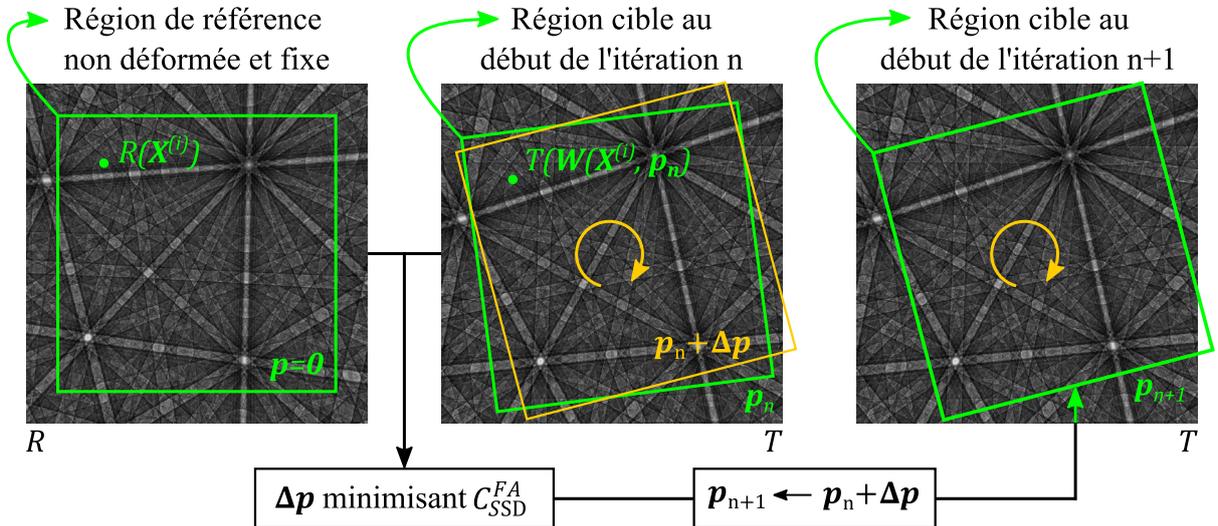


Figure II.4. Principe de l'approche directe additive (FA-GN).

Proposée par Baker et Matthews [104] en 2001, l'approche par composition inverse est une version améliorée de la méthode de Lucas-Kanade. Elle intervertit le rôle de la référence et de la cible dans la définition du critère de similarité

$$C_{SSD}^{IC}(\Delta\mathbf{p}) = \sum_{i=1}^N \left[R(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \Delta\mathbf{p})) - T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p})) \right]^2. \quad (\text{II.22})$$

Comme l'illustre la [Figure II.5](#), c'est désormais la RdI de référence, non-déformée au début de chaque itération, qui est autorisée à se déformer. La RdI cible est quant à elle toujours déformée selon l'estimation courante de la solution au début de chaque itération mais reste ensuite fixe durant une itération. Dans le cadre de l'approche par composition inverse, la transformation incrémentale que devrait subir la RdI de référence afin de la recaler avec la RdI cible déformée est en fait inversée et composée avec la transformation déjà subie par la cible :

$$\mathbf{W}(\mathbf{p}) \leftarrow \mathbf{W}(\mathbf{p}) \circ \mathbf{W}^{-1}(\Delta\mathbf{p}). \quad (\text{II.23})$$

Cette inversion est matérialisée par les flèches circulaires oranges sur la [Figure II.5](#). Plutôt que de pivoter la RdI de référence dans le sens horaire au début de l'itération suivante, c'est la RdI cible qui est ici mise à jour en subissant une rotation dans le sens antihoraire. La RdI de référence demeure ainsi non-déformée au début de chaque itération.

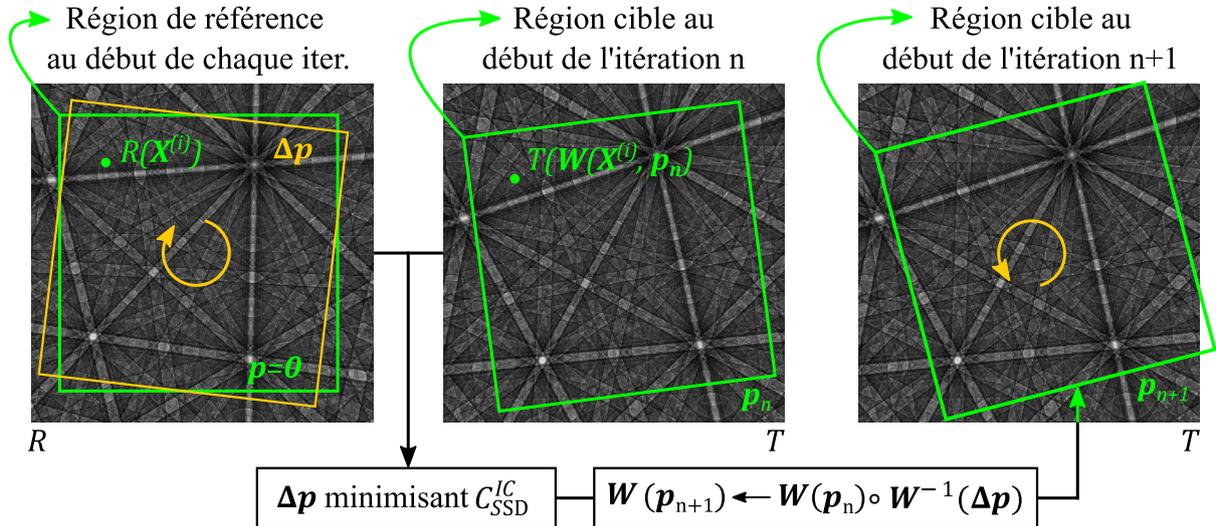


Figure II.5. Principe de l'approche par composition inverse (IC-GN)

L'intérêt de l'approche par composition inverse est que le développement en série de Taylor à l'ordre 1 est réalisé au voisinage de $\mathbf{p} = \mathbf{0}$:

$$R(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \Delta\mathbf{p})) \approx R(\mathbf{X}^{(i)}) + [\nabla R(\mathbf{X}^{(i)})]^T \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}}(\xi^{(i)}, \mathbf{0}) \cdot \Delta\mathbf{p} \quad (\text{II.24})$$

où ∇R désigne les gradients d'intensité de la référence et en remarquant que $\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{0}) = \mathbf{X}^{(i)}$. Les gradients d'intensité de la référence et du jacobien de la fonction de forme ne dépendent ainsi plus de l'évaluation courante de la solution. Ils ne sont plus recalculés à chaque itération.

Si $\Delta\mathbf{p}$ minimise le critère C_{SSD}^{IC} , alors sa dérivée première s'annule :

$$\frac{dC_{SSD}^{IC}}{d\Delta\mathbf{p}}(\Delta\mathbf{p}) = 0. \quad (\text{II.25})$$

Dans la cadre de l'algorithme de Lucas-Kanade, l'approximation (II.24) est injectée dans la définition du critère de similarité (II.22) puis ce dernier est dérivé par rapport à $\Delta \mathbf{p}$. En considérant la condition précédente, cela conduit à :

$$0 = 2 \sum_{i=1}^N \left(\left[\nabla \mathbf{R} \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}} \right]^T \cdot \left[R(\mathbf{X}^{(i)}) + \left[\nabla \mathbf{R} \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}} \right] \cdot \Delta \mathbf{p} - T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p})) \right] \right). \quad (\text{II.26})$$

où la matrice $\left[\nabla \mathbf{R}(\mathbf{X}^{(i)}) \right]^T \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}}(\xi^{(i)}, \mathbf{0})$ est désignée par $\left[\nabla \mathbf{R} \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}} \right]$ afin d'alléger les notations. L'équation (II.26) est réarrangée en sortant $\Delta \mathbf{p}$ de la sommation :

$$\sum_{i=1}^N \left(\left[\nabla \mathbf{R} \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}} \right]^T \cdot \left[\nabla \mathbf{R} \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}} \right] \right) \cdot \Delta \mathbf{p} = - \left[\nabla \mathbf{R} \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}} \right] \left[R(\mathbf{X}^{(i)}) - T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p})) \right] \quad (\text{II.27})$$

faisant ainsi apparaître la matrice hessienne :

$$\mathbf{H}_{|p=0} = \sum_{i=1}^N \left(\left[\nabla \mathbf{R} \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}} \right]^T \cdot \left[\nabla \mathbf{R} \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}} \right] \right). \quad (\text{II.28})$$

Son calcul est l'étape la plus couteuse de l'algorithme de Gauss-Newton [102]. Etant évaluée en $\mathbf{p} = \mathbf{0}$, elle reste constante durant l'exécution de l'algorithme IC-GN ce qui n'est pas le cas de l'algorithme FA-GN. De par son efficacité numérique supérieure, l'algorithme IC-GN est donc retenu, conformément aux recommandations de Pan et al. [98]. Dans le cadre de la technique HR-EBSD, la matrice hessienne ne devra être recalculée qu'à chaque changement de référence, c'est-à-dire seulement une fois par grain.

II.3.3. Critère de corrélation normalisée à zéro

En l'état, le critère C_{SSD}^{IC} défini par l'équation (II.22) est sensible à toute variation d'intensité entre la référence et la cible. Sa version normalisée à zéro, C_{ZNSSC}^{IC} (ZNSSD : *zero mean normalised sum of squared differences*), sera considérée puisqu'elle est insensible à une variation affine d'illumination entre les deux images, tout en offrant une meilleure robustesse face au bruit [58] :

$$C_{ZNSSD}^{IC}(\Delta \mathbf{p}) = \sum_{i=1}^N \left[\frac{R(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \Delta \mathbf{p})) - \bar{r}}{\Delta \tilde{r}} - \frac{T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p}_0)) - \bar{t}}{\Delta \tilde{t}} \right]^2 \quad (\text{II.29})$$

$$\bar{r} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N R(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \Delta \mathbf{p})) \quad \Delta \tilde{r} = \sqrt{\sum_{i=1}^N [R(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \Delta \mathbf{p})) - \bar{r}]^2}$$

$$\bar{t} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p}_0)) \quad \Delta \tilde{t} = \sqrt{\sum_{i=1}^N [T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p}_0)) - \bar{t}]^2}.$$

A noter que les clichés seront également filtrés avant l'analyse afin de réduire le bruit et de soustraire l'enveloppe du fond continu résultant de la diffusion inélastique des électrons.

II.4. Discussion

L'étude bibliographique des méthodes de recalage d'images numériques [96–98] a permis d'élaborer une technique HR-EBSD alternative suivant la plupart des recommandations dans la littérature. Il s'agit tout d'abord d'une approche iconique globale. Comme illustré sur la [Figure II.6](#), les clichés de diffraction sont analysés dans leur ensemble à travers une unique et grande région d'intérêt. Pour se faire, la région d'intérêt du cliché de référence et celle du cliché cible sont autorisées à se déformer relativement selon une homographie linéaire. Il s'agit d'une transformation projective fréquemment rencontrée en vision par ordinateur et impliquant huit paramètres de déformation. Ces derniers sont mesurés itérativement dans le domaine spatial avec une précision inférieure à la taille du pixel grâce à un algorithme de Gauss-Newton par composition inverse (IC-GN). Ce dernier minimise la somme normalisée à zéro des résidus au sens des moindres carrés, ce qui constitue un critère de similarité robuste au bruit et aux variations affines d'intensité.

Cette nouvelle approche est rendue possible car le champ de déplacement décrit par une homographie linéaire est mathématiquement équivalent à celui recherché dans le cadre de la technique HR-EBSD. Connaissant les paramètres de calibration de la référence ainsi que leurs variations, la solution \hat{F}^e est analytiquement déduite des paramètres de déformation mesurés par corrélation d'images numériques (CIN). Comme le résume la [Figure II.6](#), ces derniers sont d'abord corrigés avec l'équation (II.18) afin de compenser les effets liés au déplacement de la sonde lors du balayage, puis la solution est calculée selon l'équation (II.12).

En utilisant un algorithme itératif de Newton dont le principe de fonctionnement est relativement similaire à l'algorithme IC-GN, Hild et Roux [108] ont démontré la supériorité des approches globales sur les approches locales dans le cas d'une fonction de forme bilinéaire. Si le caractère global de la mesure fait la force de la méthode proposée, sa mise en œuvre par un algorithme IC-GN la rend néanmoins sensible aux minima locaux. L'algorithme IC-GN est en effet une méthode d'optimisation locale par descente de gradient. Une estimation initiale de la solution suffisamment précise est nécessaire pour assurer une convergence rapide de l'algorithme vers le minimum global du critère de similarité. Cet algorithme demeure toutefois très largement utilisé et bénéficie d'améliorations constantes. Il présente également une efficacité numérique supérieure aux autres algorithmes usuels dans sa catégorie, d'où son choix. Ce dernier est conforté par la publication, en parallèle de cette thèse, de techniques HR-EBSD globales toutes basées sur un algorithme de Gauss-Newton [91–93], notamment avec

une approche par composition inverse [91]. Les méthodes stochastiques, plus robustes face aux optima locaux, sont cependant amenées à se développer dans les années à venir. Elle ont fait leur première apparition dans le domaine de la HR-EBSD en 2019, lorsque Tanaka et Wilkinson [77] ont utilisé un algorithme à évolution différentielle pour la détermination des paramètres de projection.

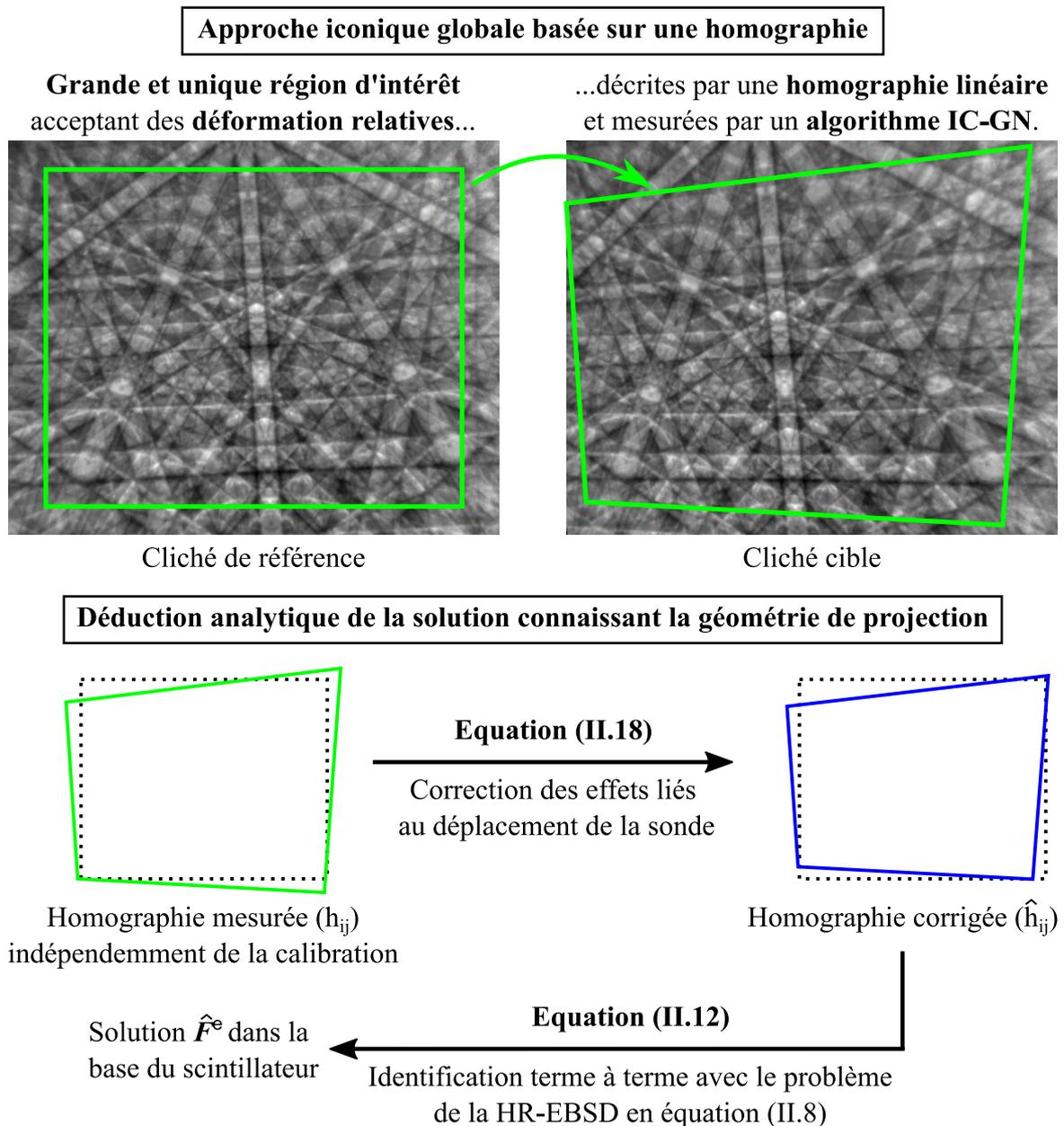


Figure II.6. Illustration du principe de la technique HR-EBSD globale proposée.

Face à tous ces développements récents, la méthode présentée dans ce chapitre demeure originale grâce à l'utilisation d'une homographie linéaire. Toutes les autres techniques HR-EBSD globales publiées à ce jour [91–93] emploient une CIN intégrée qui détermine directement les composantes du tenseur gradient de transformation

déviatorique \widehat{F}^e . L'homographie a été volontairement conservée car elle offre plusieurs avantages :

- i. Le recalage des images par l'algorithme IC-GN est réalisé indépendamment de toute considération concernant la géométrie de projection en définissant les positions relatives ξ et ξ' à partir des coordonnées absolues des points (Figure II.1a). Si elle demeure inévitable, l'incertitude de calibration n'est pas propagée à chaque itération de l'algorithme IC-GN, où la mise à jour de la RdI cible déformée s'apparente à la technique du *remapping* (itératif). L'incertitude n'intervient que lors de la déduction analytique de la solution.
- ii. Le coût numérique d'une itération de l'algorithme IC-GN est réduit car les coordonnées déformées sont calculées de manière relativement simple suivant l'équation (II.7), là où Vermeij et Hoefnagels [92] et Ruggles et al. [91] utilisent une version plus complexe de l'équation (II.8) intégrant le déplacement de la sonde. Pour leur part, Shi et al. [93] prétraitent tous les clichés afin d'en corriger les effets.
- iii. Il est possible de ré-analyser un jeu de données en quelques instants en cas de changement des paramètres de projection. Il suffit de recalculer analytiquement la solution sans recommencer l'analyse par CIN.

Il faut néanmoins reconnaître qu'une CIN intégrée est plus facile à appréhender dans la mesure où les formules implémentées correspondent au modèle de la HR-EBSD. Cela devient particulièrement intéressant dans le cadre de la méthode proposée par Vermeij et al. [82] pour la mesure de déformations élastiques absolues à partir d'un ensemble de clichés de diffractions associés à des états de contraintes non relaxées. Les régions d'intérêt ne sont pas recalées en considérant uniquement un cliché de référence et une cible (corrélation d'images) mais à partir de plusieurs clichés à la fois (co-corrélation d'images). Le critère de similarité est alors la somme des critères de similarité associés à chacune des paires de clichés à recaler. Chaque cliché a des angles d'Euler et une géométrie de projection qui lui sont propres. Les auteurs en font des degrés de liberté du problème, qui s'ajoutent aux rotations et aux déformations élastiques entre chaque paire de clichés. Dans le cadre de leur méthode, un découplage du recalage des images et des différentes géométries de projection à travers l'utilisation d'un ensemble d'homographies semble impossible ou pour le moins contre-productif.

II.5. Conclusions

- Une homographie linéaire, c'est-à-dire une application projective d'ordre 1 fréquemment rencontrée en photogrammétrie, décrit de manière exacte le champ de déplacement décrit par le modèle mécanique de la technique HR-EBSD [1,51] à l'échelle du scintillateur.
- Une approche de corrélation d'images numériques globale est conséquemment proposée afin de recalibrer les clichés de diffraction. L'homographie est déterminée à partir d'une unique et grande région d'intérêt englobant l'essentiel du cliché.
- Les 8 paramètres de déformation h_{ij} de l'homographie sont mesurés itérativement dans le domaine spatial et avec une précision inférieure à la taille du pixel en utilisant un algorithme de Gauss-Newton par composition inverse (IC-GN) [104]. Très largement utilisé pour la mesure de déformations surfaciques, cet algorithme se démarque par son efficacité numérique supérieure.
- Le tenseur gradient de transformation déviatorique est analytiquement déduit des valeurs h_{ij} mesurées connaissant la géométrie de projection et ses variations (équations (II.12) et (II.18)). De cette manière, la méthode proposée découple le recalage des images de l'incertitude sur la calibration.
- Afin d'améliorer la robustesse de l'algorithme IC-GN face au bruit et aux variations affines d'intensité, un critère de corrélation normalisé à zéro, à savoir le critère C_{ZNSSC}^{IC} dans équation (II.29) (ZNSSD : *zero mean normalised sum of squared difference*), est adopté.
- La mise en œuvre de l'algorithme est détaillée au chapitre suivant, lequel traite également de la stratégie d'initialisation. L'algorithme IC-GN convergeant vers un optimum local du critère de similarité, il nécessite une estimation initiale suffisamment précise de la solution pour converger efficacement vers cette dernière.

Chapitre III. Mise en œuvre de la méthode : implémentation et stratégie d'initialisation de l'homographie	59
III.1. Implémentation de l'algorithme IC-GN.....	60
III.1.1. Eléments pré-calculés à chaque changement de référence	60
III.1.2. Déroulement de l'algorithme IC-GN	62
III.2. Estimation initiale de l'homographie par corrélation croisée globale	65
III.2.1. Stratégie d'initialisation	65
III.2.1.1. <i>Initialisation de l'homographie à partir de l'indexation.....</i>	<i>65</i>
III.2.1.2. <i>Nécessité d'une stratégie alternative.....</i>	<i>66</i>
III.2.2. Pré-recalage des clichés par des techniques de corrélation croisée globale	67
III.2.2.1. <i>Fenêtrage et normalisation des régions d'intérêt</i>	<i>68</i>
III.2.2.2. <i>Principe de fonctionnement des algorithmes FMT-CC et FT-CC</i>	<i>70</i>
III.2.2.3. <i>Initialisation des paramètres de l'homographie.....</i>	<i>74</i>
III.3. Correction des distorsions optiques intégrée à l'algorithme IC-GN	77
III.3.1. Principe de fonctionnement de la correction	77
III.3.2. Impact de la correction sur la vitesse d'exécution de l'algorithme IC-GN.....	79
III.4. Implémentation dans le logiciel ATEX-software	80
III.5. Discussion	82
III.5.1. Remarques concernant l'algorithme IC-GN.....	82
III.5.2. Remarques concernant l'estimation initiale par corrélation croisée globale	84
III.5.3. Remarques concernant la correction des distorsions optiques.....	86
III.6. Conclusions.....	87

Chapitre III.

Mise en œuvre de la méthode : implémentation et stratégie d'initialisation de l'homographie

Ce chapitre présente la mise en œuvre de la méthode à travers l'implémentation de l'algorithme IC-GN, l'estimation initiale de la solution et la correction des distorsions optiques. La validation numérique de la méthode et l'évaluation de ses performances feront l'objet du [Chapitre IV](#).

Dans un premier temps, les étapes de l'algorithme IC-GN sont détaillées permettant ainsi de mettre en évidence la part importante des grandeurs pré-calculées. Les formules utilisées sont également adaptées à une homographie linéaire en considérant la somme normalisée à zéro des moindres carrés (ZNSSD : *zero mean normalised sum of squared differences*).

Dans un deuxième temps, la stratégie d'initialisation est présentée. Expérimentalement, l'estimation de la transformation à partir des orientations cristallines indexées par la transformée de Hough ne donne pas toujours satisfaction. Une approche iconique globale employant des algorithmes de corrélation-croisée est alors proposée afin de pré-aligner les images. Son principe de fonctionnement, exposé dans ce chapitre, a fait l'objet d'une publication dans *Acta Materialia* :

- ❖ C. Ernould, B. Beausir, J.-J. Fundenberger, V. Taupin, E. Bouzy, Global DIC approach guided by a cross-correlation based initial guess for HR-EBSD and on-axis HR-TKD, *Acta Mater.* 191 (2020) 131–148.

Dans un troisième temps, le principe de fonctionnement d'une correction des distorsions optiques intégrée à l'algorithme IC-GN est présenté et son impact sur sa vitesse d'exécution est quantifié. L'ensemble est publié dans *Ultramicroscopy* :

- ❖ C. Ernould, B. Beausir, J.-J. Fundenberger, V. Taupin, E. Bouzy, Integrated correction of optical distortions for global HR-EBSD techniques, *Ultramicroscopy.* 221 (2021) 113158.

III.1. Implémentation de l'algorithme IC-GN

L'algorithme IC-GN (*Inverse-Compositional Gauss-Newton*) optimise la somme normalisée à zéro des résidus au sens des moindres carrés C_{ZNSSD}^{IC} (équation (II.29)). Pour cela, sa mise en œuvre s'inspire de celle détaillée par Blaber et al. [109] dans le cadre du logiciel open-source Ncorr, utilisé en mécanique expérimentale.

III.1.1. Éléments pré-calculés à chaque changement de référence

Comme mentionné dans le Chapitre II, l'approche par composition inverse permet de pré-calculer un ensemble d'éléments pour une région d'intérêt (RdI) donnée de l'image de référence. Ces éléments sont surlignés en jaune sur la Figure III.1, laquelle résume les étapes de leur calcul.

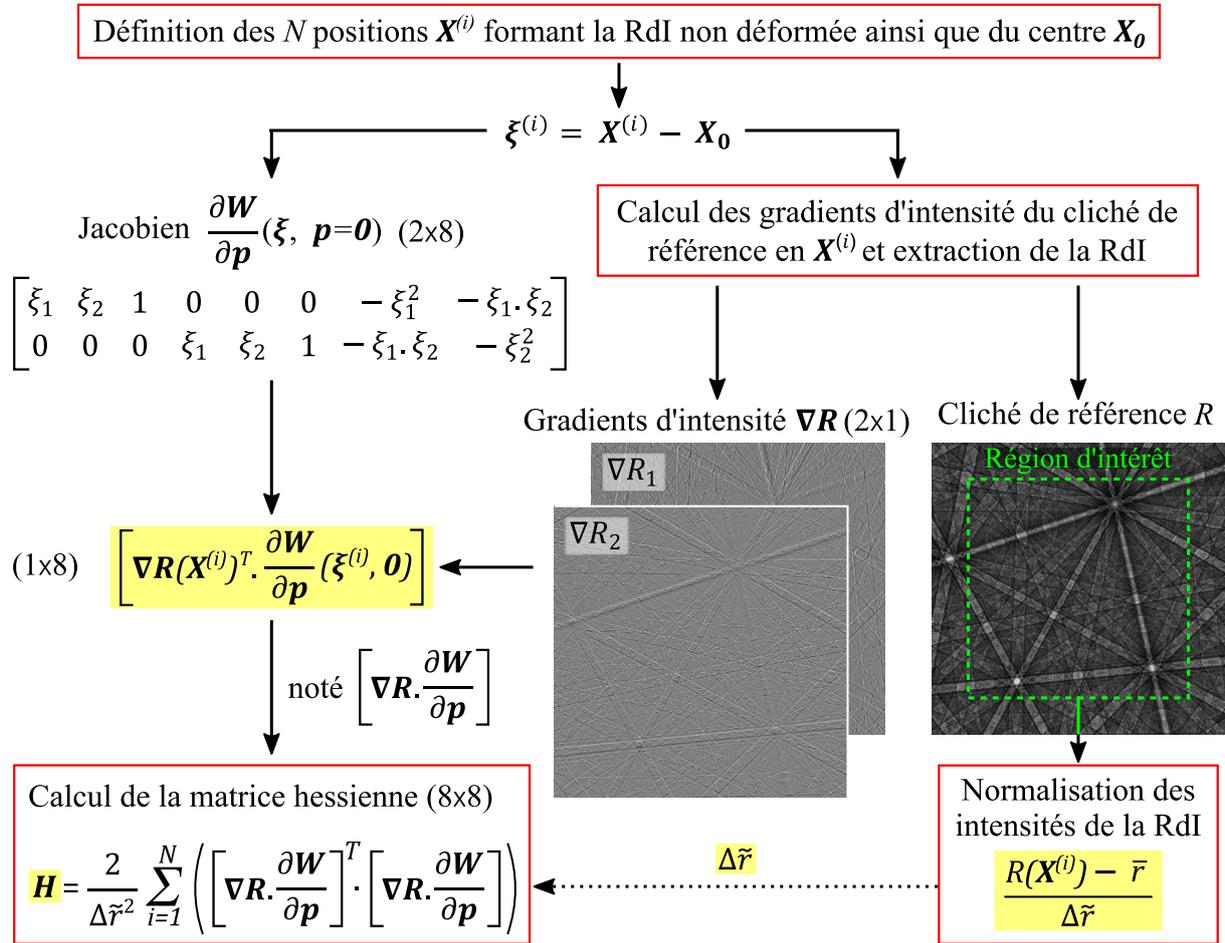


Figure III.1. Schéma illustrant les étapes du calcul des grandeurs pré-calculables de l'algorithme IC-GN.

Tout d'abord, les positions relatives $\xi^{(i)}$ des N points définissant la RdI de référence non-déformée sont déduites des positions absolues $\mathbf{X}^{(i)}$ et \mathbf{X}_0 : $\xi^{(i)} = \mathbf{X}^{(i)} - \mathbf{X}_0$. De cette manière, la géométrie de projection n'intervient pas durant le recalage des images par l'algorithme IC-GN.

Dans le cadre d'une corrélation normalisée à zéro, la RdI de référence et la RdI cible ont des intensités de moyenne nulle et de même écart-type. Partant des intensités $R(\mathbf{X}^{(i)})$ du cliché de référence, les intensités $r(\xi^{(i)})$ de la RdI de référence non déformée sont normalisées comme suit :

$$r(\xi^{(i)}) = \frac{R(\mathbf{X}^{(i)}) - \bar{r}}{\Delta\tilde{r}} \quad (\text{III.1})$$

où

$$\bar{r} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N R(\mathbf{X}^{(i)}), \quad (\text{III.2})$$

désigne l'intensité moyenne de la RdI « brute », et où

$$\Delta\tilde{r} = \sqrt{\sum_{i=1}^N [R(\mathbf{X}^{(i)}) - \bar{r}]^2}, \quad (\text{III.3})$$

correspond à la racine carrée de la variance de ses intensités multipliée par $\sqrt{N-1}$. Comme indiqué sur la [Figure III.1](#), la RdI de référence normalisée ainsi que la valeur de $\Delta\tilde{r}$ sont enregistrées.

En vue de pré-calculer la matrice hessienne, le jacobien de la fonction de forme $\partial\mathbf{W}/\partial\mathbf{p}$ doit être évalué pour $\mathbf{p} = \mathbf{0}$ en chacune des positions $\xi^{(i)}$. La paramétrisation de l'homographie dans l'équation (II.6) est différentiable par rapport à \mathbf{p} et inversible. Son jacobien s'obtient en dérivant les deux premières lignes de l'équation (II.7), c'est-à-dire

$$\xi'_i = \frac{(1 + h_{i1}) \cdot \xi_1 + h_{i2} \cdot \xi_2 + h_{i3}}{h_{31} \cdot \xi_1 + h_{32} \cdot \xi_2 + 1} \quad (\text{III.4})$$

avec $i = 1, 2$, par rapport à chacun des paramètres de déformation. Le jacobien est donc une matrice (2×8) d'expression :

$$\frac{\partial\mathbf{W}}{\partial\mathbf{p}}(\xi, \mathbf{p}) = \frac{1}{h_{31} \cdot \xi_1 + h_{32} \cdot \xi_2 + 1} \begin{bmatrix} \xi_1 & \xi_2 & 1 & 0 & 0 & 0 & -\xi_1 \cdot \xi'_1 & -\xi_2 \cdot \xi'_1 \\ 0 & 0 & 0 & \xi_1 & \xi_2 & 1 & -\xi_1 \cdot \xi'_2 & -\xi_2 \cdot \xi'_2 \end{bmatrix} \quad (\text{III.5})$$

avec $\xi = [\xi_1 \quad \xi_2 \quad 1]^T$. Comme $\mathbf{p} = \mathbf{0}$ dans le cadre de l'algorithme IC-GN, $\xi' = \xi$ et $h_{31} = h_{32} = 0$ d'où la simplification suivante :

$$\frac{\partial\mathbf{W}}{\partial\mathbf{p}}(\xi, \mathbf{0}) = \begin{bmatrix} \xi_1 & \xi_2 & 1 & 0 & 0 & 0 & -\xi_1^2 & -\xi_1 \cdot \xi_2 \\ 0 & 0 & 0 & \xi_1 & \xi_2 & 1 & -\xi_1 \cdot \xi_2 & -\xi_2^2 \end{bmatrix}. \quad (\text{III.6})$$

Le jacobien en chaque position $\xi^{(i)}$ est multiplié par les gradients d'intensité du cliché de référence en $\mathbf{X}^{(i)}$ (2×1) :

$$\nabla \mathbf{R}(\mathbf{X}^{(i)}) = \begin{bmatrix} \nabla R_1(\mathbf{X}^{(i)}) \\ \nabla R_2(\mathbf{X}^{(i)}) \end{bmatrix}. \quad (\text{III.7})$$

Ces derniers sont déduits des coefficients des B-splines biquintiques utilisées pour l'interpolation [109]. Cette multiplication renvoie une matrice (1×8) notée $[\nabla \mathbf{R} \cdot \partial \mathbf{W} / \partial \mathbf{p}]$. La matrice ainsi obtenue pour le $i^{\text{ème}}$ point de la RdI de référence est stockée dans la $i^{\text{ème}}$ colonne d'un tableau de taille $8 \times N$, qui sera réutilisé durant l'algorithme IC-GN. La somme suivant les colonnes de ce tableau permet de déduire la matrice hessienne, calculée comme suit dans le cadre du critère C_{ZNSD}^{IC} [109] :

$$\mathbf{H} = \frac{2}{\Delta \tilde{r}^2} \sum_{i=1}^N \left(\left[\nabla \mathbf{R} \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}} \right]^T \cdot \left[\nabla \mathbf{R} \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}} \right] \right). \quad (\text{III.8})$$

Cette relation implique plusieurs hypothèses simplificatrices intrinsèques à l'algorithme de Gauss-Newton. Détaillées par Blaber et al. [109], elles sont acceptables en pratique. D'une part, les quantités \tilde{r} et $\Delta \tilde{r}$ sont supposées inchangées lorsque la RdI de référence est déformée suivant l'incrément $\Delta \mathbf{p}$. D'autre part, l'estimation courante de la transformation \mathbf{p} doit être proche de la solution.

III.1.2. Déroulement de l'algorithme IC-GN

Le déroulement de l'algorithme IC-GN est illustré sur la [Figure III.2](#), où les éléments pré-calculés précédemment sont également surlignés au jaune.

Au début de l'algorithme, la RdI cible est pré-alignée avec la RdI de référence en la déformant conformément à l'estimation initiale de la solution \mathbf{p}_0 . La RdI cible initiale est donc construite en interpolant le cliché cible T aux positions $\mathbf{X}'^{(i)} = \mathbf{X}_0 + \xi'^{(i)}$ où

$$\xi'^{(i)} = \mathbf{W}(\mathbf{p}_0) \cdot \xi^{(i)} = \mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p}_0). \quad (\text{III.9})$$

Elle correspond à la région du cliché cible délimitée par des pointillés bleus sur la [Figure III.2](#). Pour les positions situées hors du cliché, du bruit suivant une distribution normale de même moyenne et variance que les intensités du cliché est introduit.

A chaque itération :

- 1) Les intensités de la RdI cible sont normalisées de la même manière que pour la RdI de référence (équation (III.1)).
- 2) Les résidus δ , c'est-à-dire la différence d'intensité entre la RdI de référence et la RdI cible, sont calculés et stockés dans un vecteur de taille N :

$$\delta(\mathbf{X}^{(i)}) = \frac{R(\mathbf{X}^{(i)}) - \bar{r}}{\Delta\tilde{r}} - \frac{T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p}_n)) - \bar{t}}{\Delta\tilde{t}}. \quad (\text{III.10})$$

L'algorithme minimise ces résidus qui sont idéalement nuls une fois les images recalées. Cela est suggéré sur la [Figure III.2](#), où les résidus finaux sont quasiment tous nuls. Seul le coin supérieur gauche de la région d'intérêt (entouré en vert) présente des résidus notables dus au bruit introduit pour les points situés hors du cliché cible.

- 3) Le gradient du critère de corrélation (8×1),

$$\nabla \mathbf{C}_{ZNSSD}^{IC} = \frac{2}{\Delta\tilde{r}} \sum_{i=1}^N \left(\delta(\mathbf{X}^{(i)}) \cdot \left[\nabla \mathbf{R} \cdot \frac{\partial \mathbf{W}}{\partial \mathbf{p}} \right] \right), \quad (\text{III.11})$$

est déduit en effectuant le produit matriciel du tableau de taille $8 \times N$ stockant les valeurs $[\nabla \mathbf{R} \cdot \partial \mathbf{W} / \partial \mathbf{p}]$ pré-calculées avec le vecteur des résidus.

- 4) L'incrément de déformation $\Delta \mathbf{p}$ est déterminé en résolvant l'équation suivante par décomposition de Cholesky.

$$\mathbf{H} \cdot \Delta \mathbf{p} = -\nabla \mathbf{C}_{ZNSSD}^{IC}. \quad (\text{III.12})$$

- 5) Les paramètres de déformation sont mis à jour suivant l'approche par composition inverse (équation [\(II.23\)](#)).
- 6) La convergence est atteinte lorsque la norme de l'incrément $\Delta \mathbf{p}$ est inférieure au critère de convergence C_{conv} . Sinon, l'algorithme itère en mettant à jour la RdI cible à partir de la nouvelle évaluation des paramètres de déformation, à moins que le nombre maximal d'itérations autorisées n_{max} ne soit atteint. Le cas échéant, l'algorithme diverge. La définition suivante de la norme est adoptée :

$$\|\Delta \mathbf{p}\| = \sqrt{\sum_{i=1}^3 \left((\xi_{1max} \cdot \Delta h_{i1})^2 + (\xi_{2max} \cdot \Delta h_{i2})^2 \right) + \Delta h_{13}^2 + \Delta h_{23}^2} \quad (\text{III.13})$$

où $\xi_{1max} = \max |\xi_1^{(i)}|$ et $\xi_{2max} = \max |\xi_2^{(i)}|$ avec $i \in \llbracket 1, N \rrbracket$. Elle est inspirée de celle proposée par Pan et al. [106] dans le cas d'une transformation affine. Le critère C_{conv} est fixé à 0,001 pixel. Cette valeur est communément utilisée dans la littérature [106,107,110] et respecte la recommandation de Pan et al. [111] : $C_{conv} \leq 0,01$. Elle sera testée lors de la validation numérique de la méthode au [Chapitre IV](#).

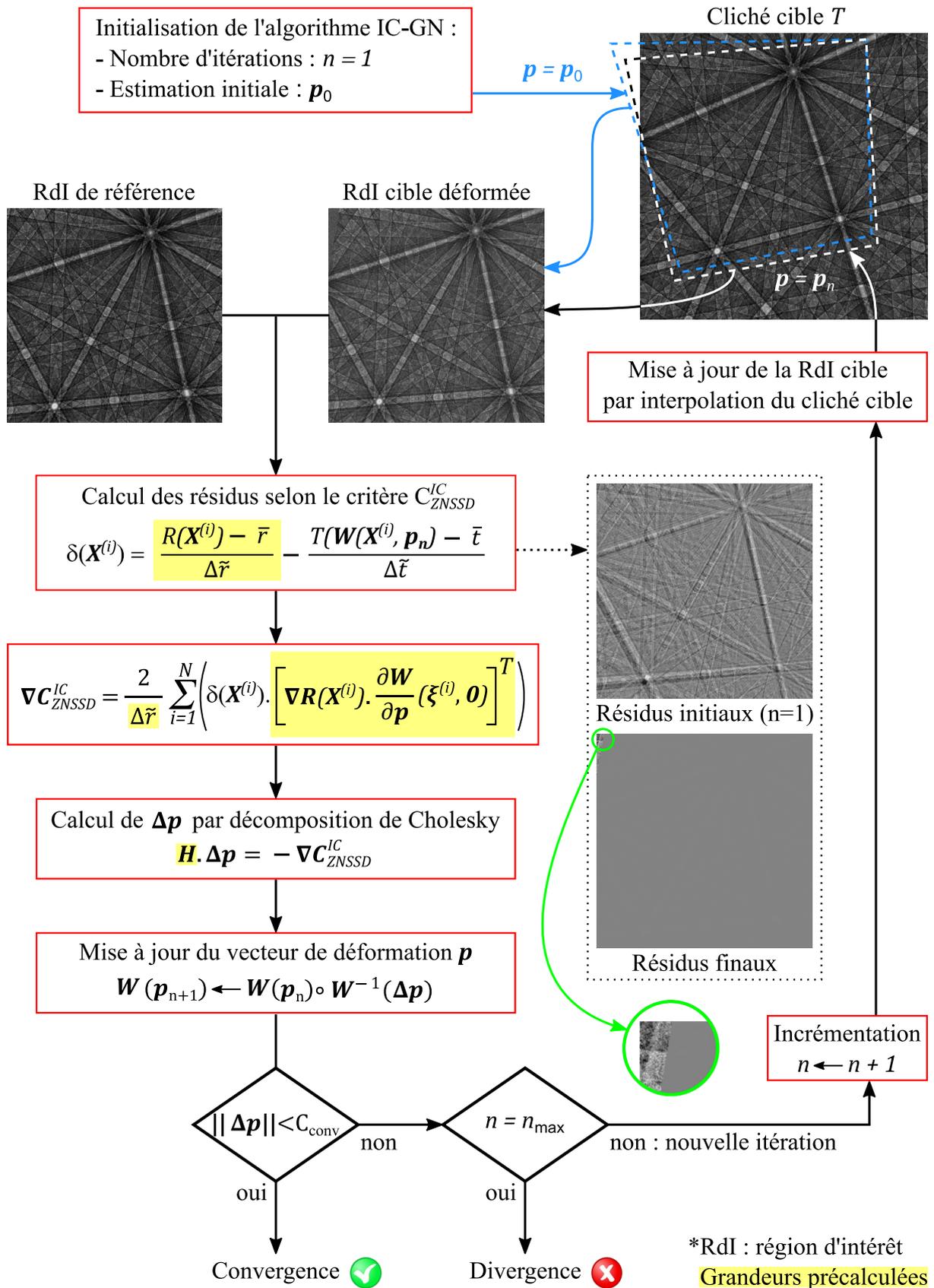


Figure III.2. Schéma illustrant le déroulement de l'algorithme IC-GN.

III.2. Estimation initiale de l'homographie par corrélation croisée globale

III.2.1. Stratégie d'initialisation

III.2.1.1. Initialisation de l'homographie à partir de l'indexation

Dans le cadre de la technique HR-EBSD, les rotations relatives entre la référence et la cible peuvent se déduire des orientations cristallines locales. La solution est alors à priori connue, à l'erreur d'indexation et aux déformations élastiques près. Initialement proposée par Maurice et al. [52] pour le *remapping* simple du cliché de référence dans le cadre de la technique HR-EBSD locale (§I.2.2.3), cette approche est intuitive et facile à mettre en œuvre. Son transfert à la technique HR-EBSD globale a déjà été suggérée par Vermeij et Hoefnagels [92] ainsi que par Ruggles et al. [91] (§I.3.2.2). Partant des angles d'Euler fournis par l'indexation, les étapes pour l'initialisation de l'homographie sont les suivantes :

- 1) Estimation des trois rotations w_i^{HTI} (HTI : *Hough-transform based indexing*) autour des axes \vec{X}_i^S du repère S de l'échantillon (*Sample*) décrivant le passage de la référence à la cible.
- 2) Composition des trois rotations w_i^{HTI} afin de déduire la matrice de rotation globale \mathbf{R}^S , exprimée dans le repère de l'échantillon :

$$\mathbf{R}^S = \mathbf{R}_3^S \cdot \mathbf{R}_2^S \cdot \mathbf{R}_1^S = \begin{bmatrix} c_3 & -s_3 & 0 \\ s_3 & c_3 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} c_2 & 0 & s_2 \\ 0 & 1 & 0 \\ -s_2 & 0 & c_2 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & c_1 & -s_1 \\ 0 & s_1 & c_1 \end{bmatrix}. \quad (\text{III.14})$$

où $c_i = \cos(w_i^{HTI})$ et $s_i = \sin(w_i^{HTI})$, $i \in \llbracket 1 ; 3 \rrbracket$, soit :

$$\mathbf{R}^S = \begin{bmatrix} c_2 \cdot c_3 & s_1 \cdot s_2 \cdot c_3 - c_1 \cdot s_3 & c_1 \cdot s_2 \cdot c_3 + s_1 \cdot s_3 \\ c_2 \cdot s_3 & s_1 \cdot s_2 \cdot s_3 + c_1 \cdot c_3 & c_1 \cdot s_2 \cdot s_3 - s_1 \cdot c_3 \\ -s_2 & s_1 \cdot c_2 & c_1 \cdot c_2 \end{bmatrix}. \quad (\text{III.15})$$

- 3) Passage vers la base du scintillateur R (*Registration*) utilisée pour le recalage des images :

$$\mathbf{R}^R = \mathbf{P}_R^S \cdot \mathbf{R}^S \cdot \mathbf{P}_S^R \quad (\text{III.16})$$

où \mathbf{P}_R^S est la matrice de passage de la base du scintillateur à la base de l'échantillon et réciproquement, $\mathbf{P}_S^R = (\mathbf{P}_R^S)^{-1}$ est la matrice de passage de la base de l'échantillon à celle du détecteur. S'agissant d'une rotation, $(\mathbf{P}_R^S)^{-1} = (\mathbf{P}_R^S)^T$.

- 4) Initialisation des paramètres de déformation de l'homographie en considérant les composantes de \mathbf{R}^R / R_{33}^R à la place des composantes de $\hat{\mathbf{F}}^e$ dans l'équation (II.13).

III.2.1.2. Nécessité d'une stratégie alternative

Dans le cadre de cette thèse, les clichés de diffraction sont indexés par le logiciel BRUKER Esprit 1.9 où la résolution de la transformée de Hough est fixée au maximum. Une initialisation basée sur l'indexation ne conduit cependant pas systématiquement à un résultat satisfaisant. La Figure III.3a montre les désorientations intra-granulaires déduites de l'indexation dans un grain d'acier IF (*interstitial free*) déformé de 15% en traction. Lorsqu'elles sont utilisées comme estimation initiale, l'analyse HR-EBSD conduit localement à des valeurs aberrantes, lesquelles sont entourées en rouge sur la Figure III.3b. Elles résultent de la divergence de l'algorithme IC-GN ($n_{max} = 1000$ itérations). A noter que cet exemple est extrait d'un jeu de données qui sera étudié au Chapitre V.

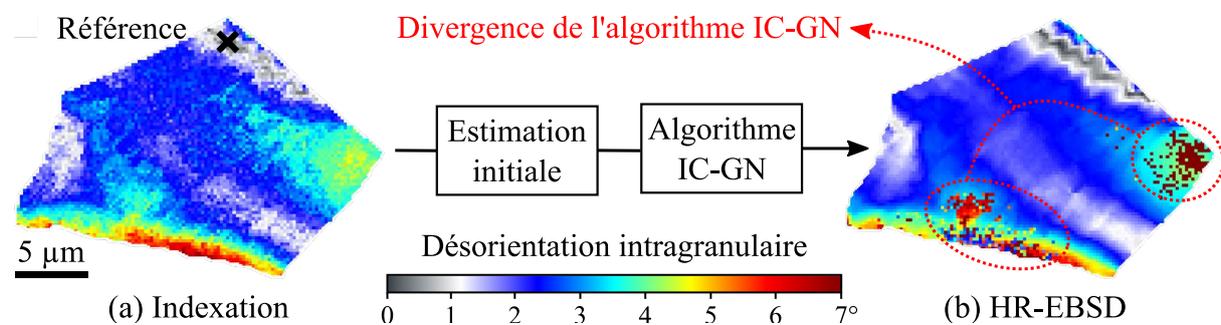


Figure III.3. Grain d'acier IF caractérisé par EBSD. (a) Angle de désorientation intra-granulaire d'après l'indexation par le logiciel BRUKER Esprit 1.9. (b) Angle de désorientation déterminé par HR-EBSD lorsque l'homographie est initialisée à partir de l'indexation.

Une stratégie d'initialisation alternative est nécessaire. En pratique, les stratégies sont soit indépendantes, soit dépendantes de l'ordre dans lequel les points sont analysés (*path independant or path dependant*) [98]. L'initialisation basée sur l'indexation appartient à la première catégorie tandis qu'une méthode appartenant à la seconde catégorie a été utilisée par Shi et al. [93]. Ils commencent par initialiser un point proche de la référence avec la matrice identité puis ils utilisent la solution obtenue pour initialiser les points adjacents et ainsi de suite.

Une initialisation à partir des points voisins a l'avantage d'être rapide car elle ne nécessite pas de calculs particuliers. L'ordre de traitement des points est cependant crucial pour la réussite de l'analyse, des erreurs pouvant se propager. Afin de les limiter, Pan et al. [112] tiennent compte de la fiabilité du résultat (*reliability-guided*). Le choix du voisin pour l'initialisation et donc l'ordre de traitement des points s'appuie sur ceux présentant la meilleure corrélation avec la référence. Malgré cela, cette

stratégie risque d'être mise en défaut dans les matériaux déformés plastiquement du fait des discontinuités que peuvent par exemple constituer des sous-joints de grain.

Une approche indépendante du chemin suivi résout le problème posé par les discontinuités [98]. Pan et al. [61] utilisent une telle approche pour le pré-recalage de mouchetis différant par une rotation plane et une translation. Leur méthode est ici transférée à la microscopie électronique en remarquant que le cliché cible est approximativement translaté et pivoté par rapport à la référence sous l'effet des rotations du cristal. Comme en témoigne la [Figure III.4](#), cette approximation semble acceptable dans le cadre de la technique HR-EBSD, où les désorientations intra-granulaires étudiées ne dépassent que rarement la dizaine de degrés.

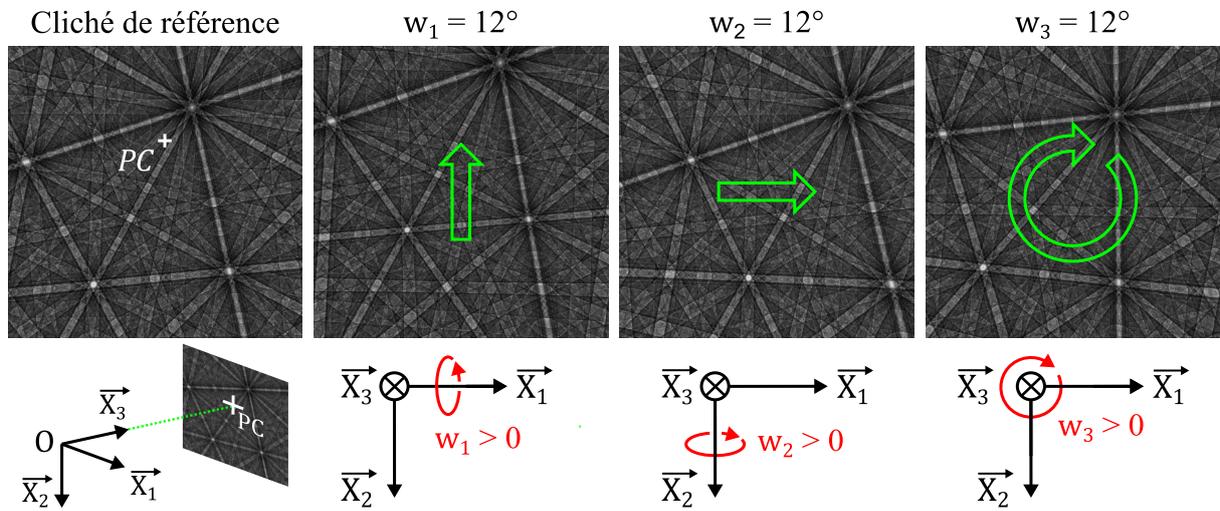


Figure III.4. Effet d'une rotation autour d'un axe du repère du scintillateur sur le cliché.

III.2.2. Pré-recalage des clichés par des techniques de corrélation croisée globale

Cette section propose une méthode de recalage inspirée de celle de Pan et al. [61]. Elle comporte quatre étapes illustrées sur la [Figure III.5](#) :

- 1) La rotation plane d'angle θ_0 (autour de \vec{X}_3) entre la cible et la référence est mesurée par corrélation croisée basée sur la transformée de Fourier-Mellin (FMT-CC : *Fourier-Mellin transform based cross-correlation*).
- 2) La RdI cible est pivotée d'un angle $-\theta_0$.
- 3) La translation résiduelle $t_1 \cdot \vec{X}_1 + t_2 \cdot \vec{X}_2$ est mesurée par corrélation croisée basée sur la transformée de Fourier (FT-CC : *Fourier transform based cross-correlation*).
- 4) Les paramètres de déformation sont initialisés à partir des valeurs de θ_0 , t_1 et t_2 .

Le traitement des régions d'intérêt dans le cadre d'une corrélation croisée normalisée à zéro est tout d'abord décrit. Le fonctionnement de la méthode est ensuite illustré à travers des clichés de diffraction obtenus par TKD on-axis. Ils permettront d'aborder les spécificités liées à la tache centrale causée par le faisceau transmis. Enfin, l'initialisation de l'homographie à partir de la rotation et de la translation mesurées est détaillée.

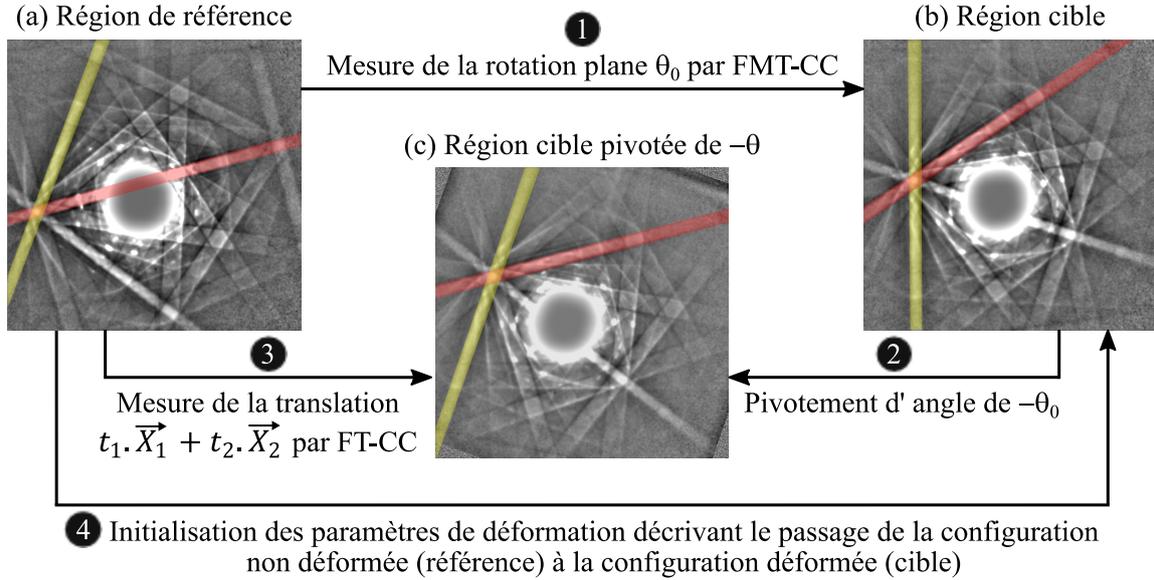


Figure III.5. Aperçu des étapes du pré-recalage des clichés de diffraction à l'aide d'algorithmes FMT-CC et FT-CC.

III.2.2.1. Fenêtrage et normalisation des régions d'intérêt

Un critère de corrélation croisée normalisée à zéro (ZNCC : *zero mean normalised cross-correlation*) est adopté :

$$C_{ZNCC}(\mathbf{p}) = \sum_{i=1}^N \left[\frac{[R(\mathbf{X}^{(i)}) - \bar{r}] \cdot [T(\mathbf{W}(\mathbf{X}^{(i)}, \mathbf{p})) - \bar{t}]}{\Delta \tilde{r} \cdot \Delta \tilde{t}} \right], \quad (\text{III.17})$$

où les paramètres \bar{r} , \bar{t} , $\Delta \tilde{r}$ et $\Delta \tilde{t}$ sont identiques à ceux de l'équation (II.29). Il présente en effet les mêmes avantages en matière de robustesse face au bruit et aux variations affines d'intensité que le critère C_{ZNSD} minimisé par l'algorithme IC-GN (§II.3.3). Bien que différent, les critères C_{ZNCC} et C_{ZNSD} sont mathématiquement équivalents [113]. Ils sont d'ailleurs reliés par la relation suivante :

$$C_{ZNSD} = 2 \cdot (1 - C_{ZNCC}). \quad (\text{III.18})$$

Dans le cas d'une translation, le critère C_{ZNCC} est calculé efficacement par la technique de Fourier, comme détaillé dans le cadre de la mise en œuvre de la technique HR-EBSD locale (§I.2.2.1).

A l'instar de l'algorithme IC-GN, les clichés sont ici pré-recalés en considérant une grande région d'intérêt carrée (corrélation croisée globale). L'utilisateur définit une région d'intérêt de taille paire qui est si nécessaire redimensionnée à une puissance de deux, de sorte que sa transformée de Fourier discrète soit calculée avec un algorithme FFT (*Fast Fourier Transform*). Par la suite, la transformée de Fourier discrète est désignée par « transformée de Fourier » (TF) par abus de langage. Ses coefficients sont entachés d'une erreur, à cause du caractère fini du signal, qui ne contient pas nécessairement un nombre entier de périodes pour chaque fréquence. Appelé fuite spectrale (*spectral leakage*), ce phénomène est atténué en ramenant progressivement à zéro les intensités sur les bords de la région d'intérêt de départ (Figure III.6a), de taille $2^n \times 2^n$ et d'intensité s .

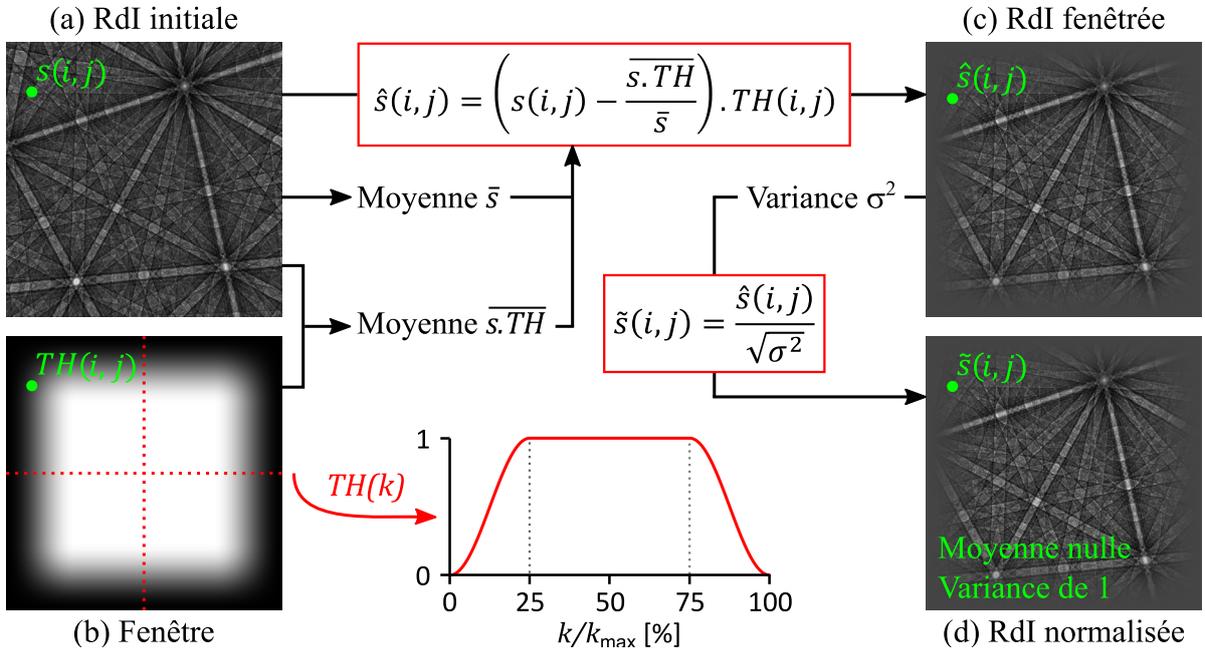


Figure III.6. Fenêtrage et normalisation des intensités d'une région d'intérêt (RdI) avant le calcul de leur transformée de Fourier discrète par un algorithme FFT.

Pour cela, une fenêtre de Tukey-Hanning (Figure III.6b) est appliquée suivant les deux directions de la région d'intérêt : $TH(i, j) = TH(i) . TH(j)$ où

$$TH(k) = \begin{cases} 1 & \text{si } 2^{n-2} + 1 \leq k \leq 3 \times 2^{n-2} \\ 0.5 - 0.5 \times \cos\left(\frac{4\pi \cdot (k-1)}{2^n - 1}\right) & \text{sinon} \end{cases} \quad (III.19)$$

avec $(i, j, k) \in \llbracket 1, 2^n \rrbracket$. Dans le cadre d'une corrélation normalisée à zéro, les intensités doivent être de moyenne nulle et de variance égale à 1. Le fenêtrage est alors réalisé comme suit :

$$\hat{s}(i, j) = \left(s(i, j) - \frac{\overline{s.TH}}{\bar{s}} \right) . TH(i, j) \quad (III.20)$$

$$\text{où } \bar{s} = \frac{1}{2^{2n}} \sum_i \sum_j s(i, j) \quad \text{et} \quad \overline{s.TH} = \frac{1}{2^{2n}} \sum_i \sum_j [s(i, j) \cdot TH(i, j)].$$

La région d'intérêt fenêtrée (Figure III.6c) a ainsi des intensités \hat{s} de moyenne nulle. Il ne reste plus qu'à les diviser par la racine carrée de leur variance,

$$\sigma^2 = \frac{1}{2^{2n} - 1} \sum_i \sum_j \hat{s}(i, j)^2, \quad (\text{III.21})$$

pour obtenir les intensités normalisées \tilde{s} (Figure III.6d) :

$$\tilde{s}(i, j) = \frac{\hat{s}(i, j)}{\sqrt{\sigma^2}}. \quad (\text{III.22})$$

III.2.2.2. Principe de fonctionnement des algorithmes FMT-CC et FT-CC

Le principe de fonctionnement de l'estimation initiale par corrélation croisée globale est illustré à partir de deux clichés de diffraction obtenus par TKD on-axis. Leur résolution est de 600×600 pixels (Figure III.7a,a') et une région d'intérêt de 512×512 pixels est extraite de leur centre avant d'être fenêtrée et normalisée comme expliqué précédemment (Figure III.7b,b').

III.2.2.2.1. Mesure de la rotation plane par FMT-CC

Une rotation plane θ_0 d'environ -20° est présente entre la référence et la cible comme le soulignent les bandes de Kikuchi surlignées en rouges (Figure III.7a,a'). Une mesure directe de la translation par FT-CC échoue, la fonction de corrélation croisée ne présentant pas de pic clair (Figure III.7g). Maurice et al. [52] et Britton et al. [53] ont déjà pointés les effets néfastes de la rotation sur l'algorithme FT-CC, qui devient inadaptée en présence de rotations supérieures à $\sim 7^\circ$ ou lorsque le facteur d'échelle est éloigné de 1 [61]. A l'inverse, la présence de translation n'est pas un obstacle à la mesure de la rotation plane par un algorithme FMT-CC. Il est donc appliqué en premier.

Parmi les différentes implémentations possibles de l'algorithme FMT-CC [114], la méthode de Reddy et Chatterji [115] est adoptée en raison de sa simplicité. A noter que la méthode décrite ci-après est adaptée par rapport à la publication originale, le facteur d'échelle étant proche de 1 pour les clichés de diffraction.

Soit (x_1, x_2) un point de l'espace réel et (f_1, f_2) un point de l'espace des fréquences. Ici, les coordonnées (x_1, x_2) sont exceptionnellement définies par rapport au centre de l'image. Si une image réelle g_r admet pour image g_t par la rotation d'angle θ_0 autour de \vec{X}_3 et la translation $t_1 \cdot \vec{X}_1 + t_2 \cdot \vec{X}_2$, alors :

$$g_t(x_1, x_2) = g_r(x_1 \cdot \cos(\theta_0) + x_2 \cdot \sin(\theta_0) - t_1, -x_1 \cdot \sin(\theta_0) + x_2 \cdot \cos(\theta_0) - t_2). \quad (\text{III.23})$$

Dans ce cas, les amplitudes G_r et G_t de leur transformées de Fourier $\mathfrak{F}\{g_t\}$ et $\mathfrak{F}\{g_r\}$ sont reliées comme suit :

$$G_t(f_1, f_2) = G_r(f_1 \cdot \cos(\theta_0) + f_2 \cdot \sin(\theta_0), -f_1 \cdot \sin(\theta_0) + f_2 \cdot \cos(\theta_0)) \cdot e^{-2\pi \cdot (t_1 \cdot f_1 + t_2 \cdot f_2)} \quad (\text{III.24})$$

d'après les propriétés de la rotation et de la translation de la transformée de Fourier. Il apparaît d'une part que l'amplitude de la TF subit la même rotation que l'image réelle, comme le suggère la flèche blanche sur la [Figure III.7a'](#) et sur la [Figure III.7c'](#). D'autre part, le module est invariant par translation puisque cette information est contenue dans la phase du nombre complexe.

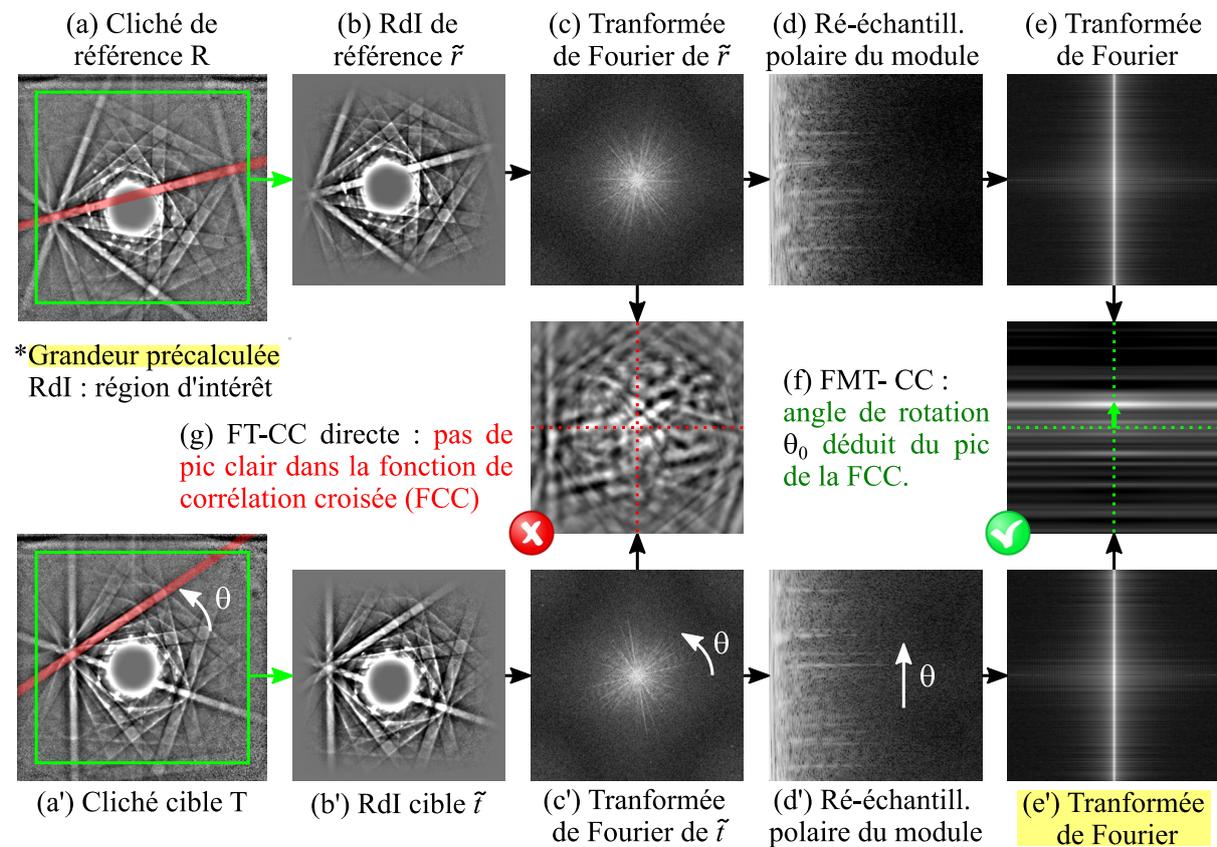


Figure III.7. Illustration du principe de mesure de la rotation plan par FMT-CC suite à l'adaptation de la méthode de Reddy et Chatterji [115]. Dans cet exemple, $\theta_0 \approx 19,6^\circ$.

La représentation cartésienne du module de la TF ([Figure III.7c,c'](#)) est retracée dans un repère polaire ([Figure III.7d,d'](#)). L'origine du repère polaire coïncide avec le centre de la région d'intérêt, qui est également le centre de rotation de la représentation cartésienne du module de la TF. Ce changement de représentation fait apparaître les effets de la rotation sous forme d'une translation verticale, comme indiqué par la flèche blanche sur la [Figure III.7d'](#), tandis qu'un changement d'échelle génère une translation horizontale.

Du fait de la présence d'une symétrie centrale, seuls les deux cadrans supérieurs de la représentation cartésienne du module de la TF sont ré-échantillonnés comme schématisé sur la [Figure III.8a](#). Le pas du ré-échantillonnage est de $\pi/2^n$ angulairement et de 0,5 pixel radialement. La résolution angulaire de la méthode dépend donc de la taille de l'image. Elle vaut environ $0,35^\circ$ pour une région d'intérêt de 512×512 pixels. Les coordonnées des points à échantillonner sont pré-calculées au début de l'analyse. La représentation cartésienne du module de la TF est interpolée suivant un schéma bilinéaire 3-points qui induit moins d'artéfacts qu'une interpolation bilinéaire classique tout en ayant un coût numérique quasiment aussi faible [116].

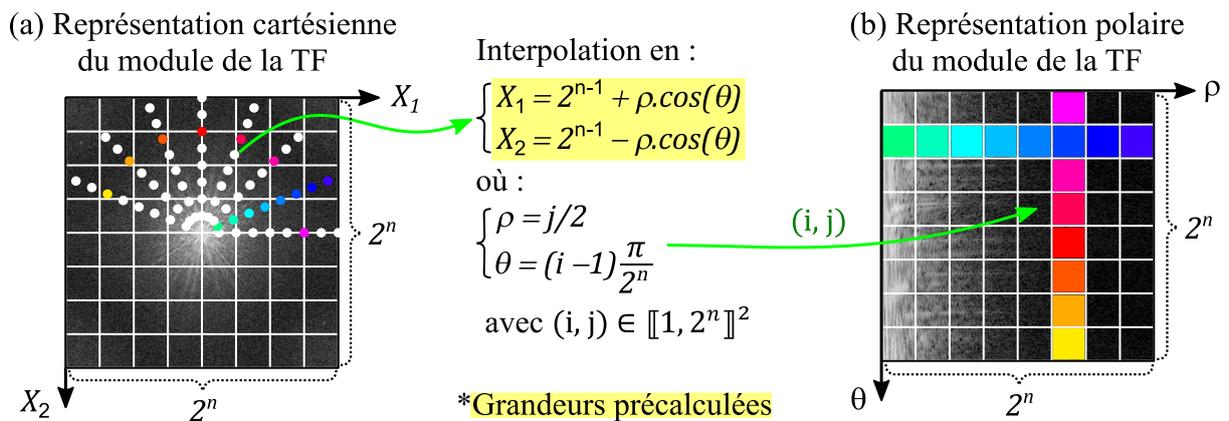


Figure III.8. Ré-échantillonnage des deux cadrans supérieurs de la représentation cartésienne (a) du module de la transformée de Fourier (TF) dans un repère polaire.

Comme indiqué par le dégradé du vert au bleu, chaque ligne de la représentation polaire ([Figure III.8b](#)) correspond à une position angulaire donnée ([Figure III.8a](#)). Le facteur d'échelle étant fixé égal à 1, seule la moyenne des lignes de la représentation polaire est considérée. L'information est ainsi réduite à un signal unidimensionnel, ce qui diminue le coût numérique de la méthode. Pour les besoins de l'illustration, des images sont représentées sur la [Figure III.7e-f](#) au lieu de signaux unidimensionnels. Les lignes de la [Figure III.7d,d'](#) sont remplacées par leur moyenne puis l'image obtenue est fenêtrée et normalisée avant de calculer sa transformée de Fourier ([Figure III.7e,e'](#)). La fonction de corrélation croisée présente un pic dont le maximum appartient à la verticale passant par le centre de la région d'intérêt ([Figure III.7f](#)).

Le maximum est localisé avec une résolution inférieure à la taille du pixel en interpolant le pic avec une gaussienne, de la même manière que pour la technique HR-EBSD locale. La taille du voisinage utilisé pour l'interpolation dépend de la forme du pic. Dans le cadre d'un signal bidimensionnel, le voisinage est un carré. La moyenne des pixels sur ses bords est calculée puis la taille de ce carré est augmentée tant que cette moyenne n'augmente pas et reste supérieure au tiers du maximum

observé. La démarche est similaire dans que cadre d'un signal unidimensionnel, mis à part que la moyenne est calculée à partir des deux valeurs aux extrémités du segment formant le voisinage. L'angle de rotation est enfin déduit de la distance d (en pixels) entre le maximum du pic et le centre :

$$\theta_0 = \frac{d \cdot \pi}{2^n}. \quad (\text{III.25})$$

III.2.2.2.2. *Mesure de la translation résiduelle par FT-CC*

La RdI cible est pivotée, par rapport à son centre X_0 , de l'opposé de l'angle mesuré. Comme le suggèrent les bandes de Kikuchi surlignées en rouge et en jaune, la nouvelle RdI cible (Figure III.9b) ne diffère, approximativement, plus que d'une translation par rapport à la RdI de référence (Figure III.9a, qui est la même que la Figure III.7b).

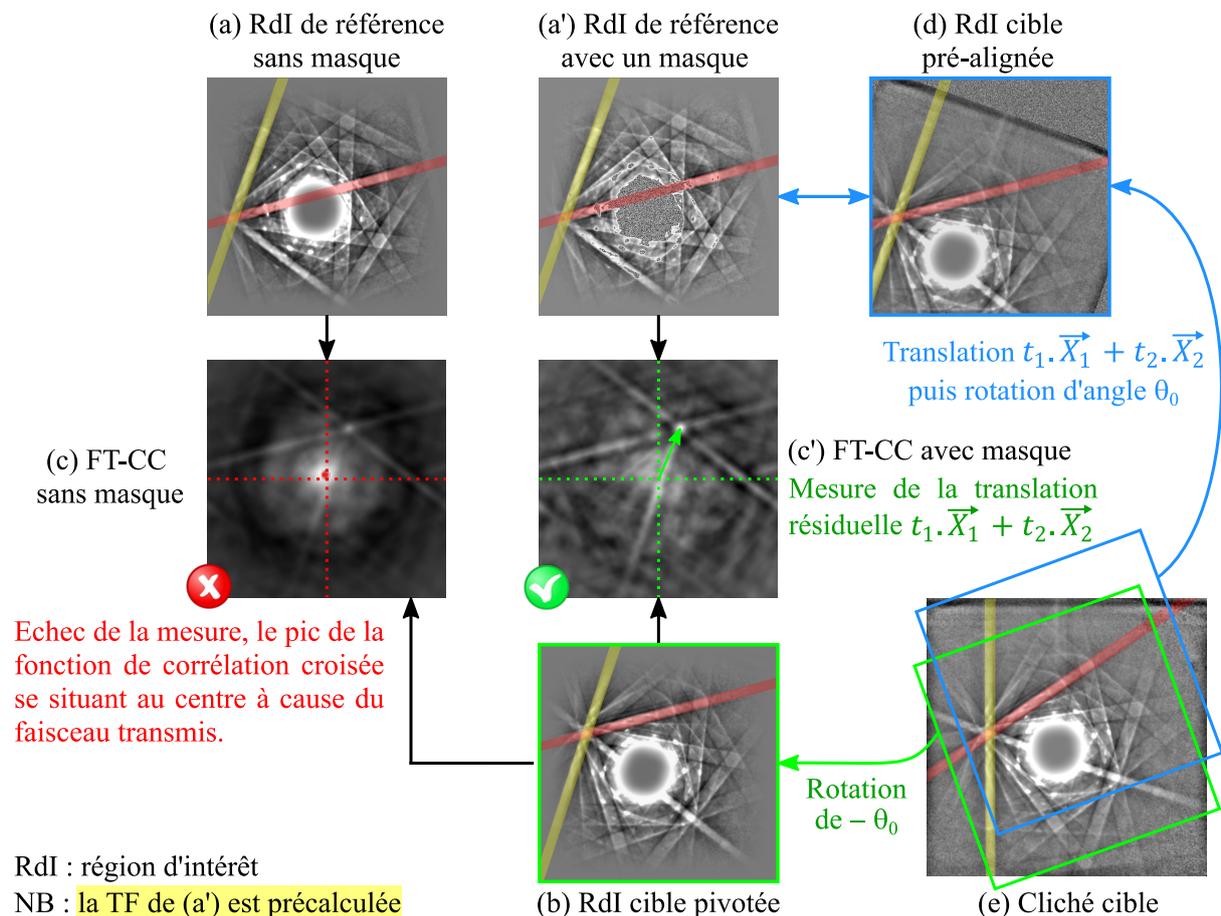


Figure III.9. Illustration du principe de mesure de la translation résiduelle par FT-CC. Les clichés obtenus par TKD on-axis présentent une tache centrale causée par le faisceau transmis. Elle est occultée en ajoutant un masque contenant du bruit sur la région d'intérêt (RdI) de référence afin d'assurer une mesure correcte de la translation. Dans cet exemple, $t_1 \approx 47$ et $t_2 \approx -111$ pixels.

Malgré cela, la mesure de la translation par FT-CC échoue (Figure III.9c). Dans le cas de clichés obtenus par TKD on-axis, la tache centrale causée par le faisceau transmis provoque un ancrage des deux régions d'intérêt. Si le pic attendu est visible dans le cadran supérieur droit de la FCC, son intensité est inférieure à celle du pic situé au centre. Afin d'y remédier, un masque contenant du bruit est appliqué au niveau du faisceau transmis ainsi que sur les taches de diffraction contenues dans la RdI de référence (Figure III.9a'). Le pic central de la fonction de corrélation croisée est ainsi fortement atténué (Figure III.9c'), permettant alors d'identifier la translation résiduelle (flèche verte). A noter que le masque est conservé durant l'algorithme IC-GN.

III.2.2.3. Initialisation des paramètres de l'homographie

Dans le cadre du pré-recalage des clichés, le passage de la configuration non déformée (référence) à la configuration déformée (cible) s'obtient par la translation de paramètres (t_1, t_2) , suivie de la rotation d'angle θ_0 , comme indiqué par l'étape 4 sur la Figure III.5. En décrivant respectivement la translation et la rotation par les matrices T et R , l'estimation initiale \mathbf{p}_0 de l'homographie est obtenue en calculant la transformation $\mathbf{R} \cdot \mathbf{T}$:

$$\mathbf{W}(\mathbf{p}_0) = \mathbf{R} \cdot \mathbf{T} = \begin{bmatrix} \cos(\theta_0) & -\sin(\theta_0) & 0 \\ \sin(\theta_0) & \cos(\theta_0) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} 1 & 0 & t_1 \\ 0 & 1 & t_2 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}, \quad (\text{III.26})$$

d'où :

$$\begin{bmatrix} h_{11} + 1 & h_{12} & h_{13} \\ h_{21} & h_{22} + 1 & h_{23} \\ h_{31} & h_{32} & 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(\theta_0) & -\sin(\theta_0) & t_1 \cdot \cos(\theta_0) - t_2 \cdot \sin(\theta_0) \\ \sin(\theta_0) & \cos(\theta_0) & t_1 \cdot \sin(\theta_0) + t_2 \cdot \cos(\theta_0) \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}. \quad (\text{III.27})$$

Il s'agit d'une initialisation « partielle » de l'homographie dans la mesure où les paramètres h_{31} et h_{32} sont systématiquement nuls. Seuls les six premiers paramètres de l'homographie sont initialisés à partir des mesures par corrélation croisée globale (t_1, t_2, θ_0) . La RdI cible (Figure III.9d ou Figure III.10b') est pré-alignée suivant une transformation rigide, c'est-à-dire qu'un carré reste un carré de même taille comme le soulignent les contours bleus sur la Figure III.9e et sur la Figure III.10a. Avec cette initialisation les résidus initiaux peuvent néanmoins être importants en présence de rotations élevées du fait des distorsions provoquées par la projection gnomonique, comme le montre la Figure III.10c'.

Une initialisation « complète » de l'homographie est possible en considérant la géométrie de projection. Les trois rotations du cristal w_i^{IG} (IG : *initial guess*) dans le repère du détecteur sont estimés à partir de la rotation et de la translation mesurées :

$$\begin{cases} w_1^{IG} = \text{atan}(-\hat{t}_2/DD) \\ w_2^{IG} = \text{atan}(\hat{t}_1/DD) \\ w_3^{IG} = \theta_0 \end{cases} \quad (\text{III.28})$$

avec

$$\begin{cases} \hat{t}_1 = t_1 + x_{01} \cdot (\cos(\theta_0) - 1) + x_{02} \cdot \sin(\theta_0) \\ \hat{t}_2 = t_2 - x_{01} \cdot \sin(\theta_0) + x_{02} \cdot (\cos(\theta_0) - 1) \end{cases} \quad (\text{III.29})$$

L'opposé de \hat{t}_2 est considéré dans l'équation (III.28) car une rotation w_1^{IG} positive provoque une translation globale du cliché suivant $-\vec{X}_2$. Une matrice de rotation \mathbf{R} est déduite des rotations w_i^{IG} puis les paramètres de déformation h_{ij} sont initialisés à partir de l'équation (II.13), où ils sont exprimés en fonction de la géométrie de projection et des composantes de $\hat{\mathbf{F}}^e$. Ces dernières sont en l'occurrence substituées par les composantes R_{ij}/R_{33} (car $\hat{F}_{33}^e = 1$). Comme indiqué par le contour orange sur la Figure III.10a, l'initialisation complète de l'homographie prend mieux en compte les effets de la projection gnomonique lors de la déformation de la RdI cible (Figure III.10b''). Les résidus initiaux (Figure III.10c'') sont ainsi relativement plus faibles, alors même qu'une rotation de 12° autour de \vec{X}_1 est présente dans cet exemple.

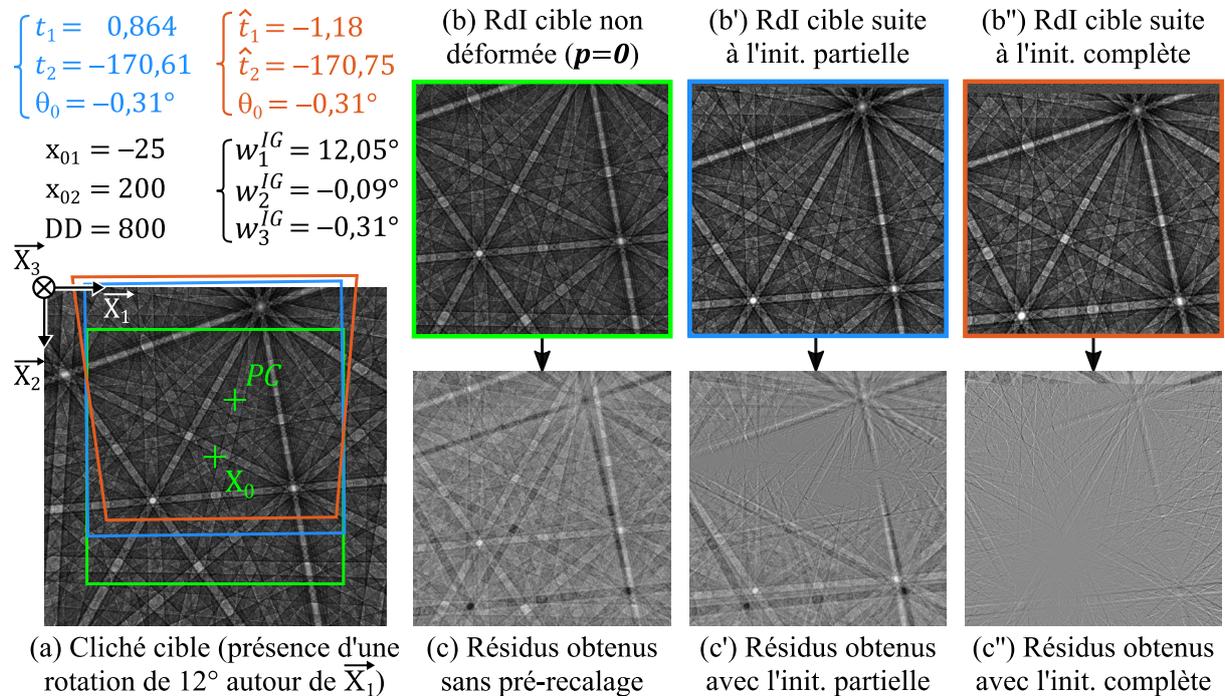


Figure III.10. (a) Cliché cible subissant une rotation de 12° autour de l'axe \vec{X}_1 par rapport à la référence. Région d'intérêt (RdI) cible non déformée (b), déformée suite à l'initialisation partielle (b') ou complète (b'') de l'homographie. (c-c'') Résidus initiaux associés aux différents cas (b-b'').

La relation (III.29) corrige les paramètres de translation (t_1, t_2) puisqu'une rotation w_3^{IG} pivote le cliché par rapport au PC et non pas par rapport à X_0 . Elle est obtenue en stipulant que l'image d'un point par une translation de paramètres (\hat{t}_1, \hat{t}_2) suivie d'une rotation d'angle θ_0 par rapport au PC :

$$\begin{cases} \xi'_1 = \cos(\theta_0) \cdot x_1 - \sin(\theta_0) \cdot x_2 + \cos(\theta_0) \cdot \hat{t}_1 - \sin(\theta_0) \cdot \hat{t}_2 - x_{01} \\ \xi'_2 = \sin(\theta_0) \cdot x_1 + \cos(\theta_0) \cdot x_2 + \sin(\theta_0) \cdot \hat{t}_1 + \cos(\theta_0) \cdot \hat{t}_2 - x_{02} \end{cases} \quad (\text{III.30})$$

coïncide avec l'image de ce même point par la transformation rigide mesurée :

$$\begin{cases} \xi'_1 = \cos(\theta_0) \cdot \xi_1 - \sin(\theta_0) \cdot \xi_2 + \cos(\theta_0) \cdot t_1 - \sin(\theta_0) \cdot t_2 \\ \xi'_2 = \sin(\theta_0) \cdot \xi_1 + \cos(\theta_0) \cdot \xi_2 + \sin(\theta_0) \cdot t_1 + \cos(\theta_0) \cdot t_2 \end{cases} \quad (\text{III.31})$$

Cette condition est illustrée sur la Figure III.11. Le carré en trait plein noir est l'image du carré en pointillés noirs par la transformation matérialisée en bleue et correspondant à l'équation (III.30), mais également par la transformation matérialisée en rouge et correspondant à l'équation (III.31). A noter que dans les deux cas, ξ'_3 vaut 1 tandis que la relation (III.29) s'obtient en remarquant que $x_i - \xi_i = x_{0i}$ ($i = 1, 2$) puisque par définition $\xi = \mathbf{x} - \mathbf{x}_0$.

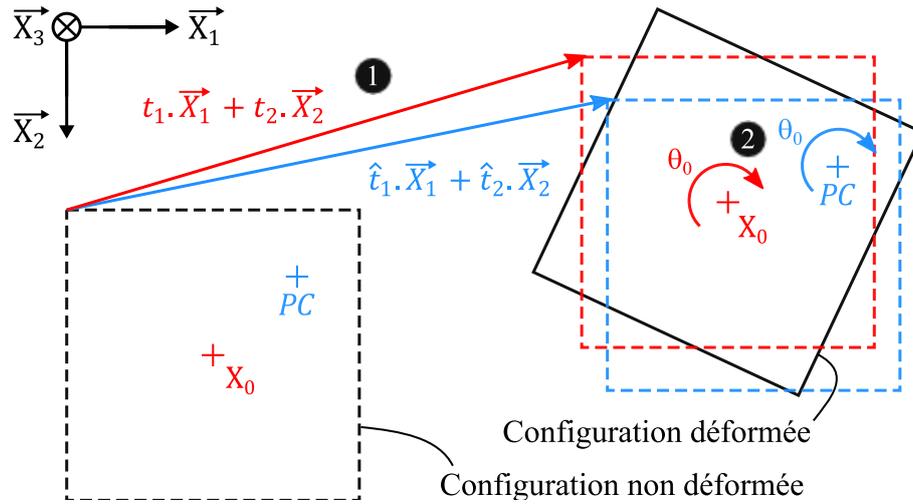


Figure III.11. Influence de la position du centre de la rotation d'angle θ_0 sur les valeurs des paramètres de translation dans le cadre de la transformation rigide déterminée par corrélation croisée globale. La translation mesurée (t_1, t_2) est corrigée en (\hat{t}_1, \hat{t}_2) afin d'estimer les rotations du cristal w_i^{IG} dans le repère du scintillateur, la rotation w_3^{IG} autour de \vec{X}_3 pivotant le cliché par rapport au PC et non par rapport à X_0 .

III.3. Correction des distorsions optiques intégrée à l'algorithme IC-GN

Les lentilles des caméras génèrent des distorsions optiques qui perturbent le champ de déplacement recherché par la technique HR-EBSD/HR-TKD (§I.2.4). Cette section présente le principe de fonctionnement d'une correction intégrée à l'algorithme IC-GN puis évalue son impact sur la vitesse d'exécution.

III.3.1. Principe de fonctionnement de la correction

L'homographie linéaire ne prend pas en compte les effets de la distorsion optique. Elle est calculée à partir des positions $\xi^{(i)}$, $\xi'^{(i)}$ et \mathbf{X}_0 qui définissent les régions d'intérêt dans une configuration « virtuellement » non distordue. Les images à recalées sont cependant distordues. Comme illustré sur la Figure III.12, la correction joue le rôle d'interface entre cette configuration « virtuelle » considérée pour les calculs et la configuration distordue associée aux images à interpoler.

Cette correction consiste en un modèle de distorsion D définissant, pour chaque point $\mathbf{X}^{(i)}$ ou $\mathbf{X}'^{(i)}$ ($i \in \llbracket 1, N \rrbracket$) dans la configuration non distordue, sa position associée $\tilde{\mathbf{X}}^{(i)}$ ou $\tilde{\mathbf{X}}'^{(i)}$ dans la configuration distordue : $\tilde{\mathbf{X}}^{(i)} = D(\mathbf{X}^{(i)})$ et $\tilde{\mathbf{X}}'^{(i)} = D(\mathbf{X}'^{(i)})$. Concrètement, l'algorithme IC-GN est mis en œuvre tel que décrit précédemment (§III.1) mis à part que l'intensité ou les gradients d'intensité d'une image à évaluer en $\mathbf{X}^{(i)}$ ou $\mathbf{X}'^{(i)}$ (points verts sur la Figure III.12) le sont en fait en $\tilde{\mathbf{X}}^{(i)}$ ou $\tilde{\mathbf{X}}'^{(i)}$ (points bleus), respectivement. Une fois les paramètres de déformation de l'homographie mesurés, la solution est déduite analytiquement en considérant les coordonnées du PC et son éventuel déplacement dans la configuration non distordue.

En pratique, le modèle de distorsion et ses paramètres dépendent de chaque caméra. Comme tout modèle, il s'agit d'une description simplifiée et plus ou moins fidèle de la réalité. Le choix d'un modèle de distorsion adapté ainsi que la détermination des valeurs de ses coefficients relèvent de la responsabilité de l'utilisateur. Si l'utilisateur est libre dans le choix du modèle, le principe de fonctionnement de la correction suppose néanmoins que :

- i. Le modèle de distorsion D dépend exclusivement de la position $\mathbf{X}^{(i)}$ ou $\mathbf{X}'^{(i)}$ dans la configuration non distordue.
- ii. Le cliché cible et le cliché de référence soient affectés de la même manière par la distorsion optique.

Le premier point est vérifié par les modèles les plus courants [89,117] tandis que le second est acceptable pour un jeu de données acquis avec la même caméra. Quelques précautions doivent cependant être prises, comme allumer la caméra une à deux heures avant le début de l'acquisition. Les distorsions optiques peuvent en effet varier dans le temps sous l'effet de l'auto-échauffement des composants de la caméra, en particulier celui du capteur photographique [118].

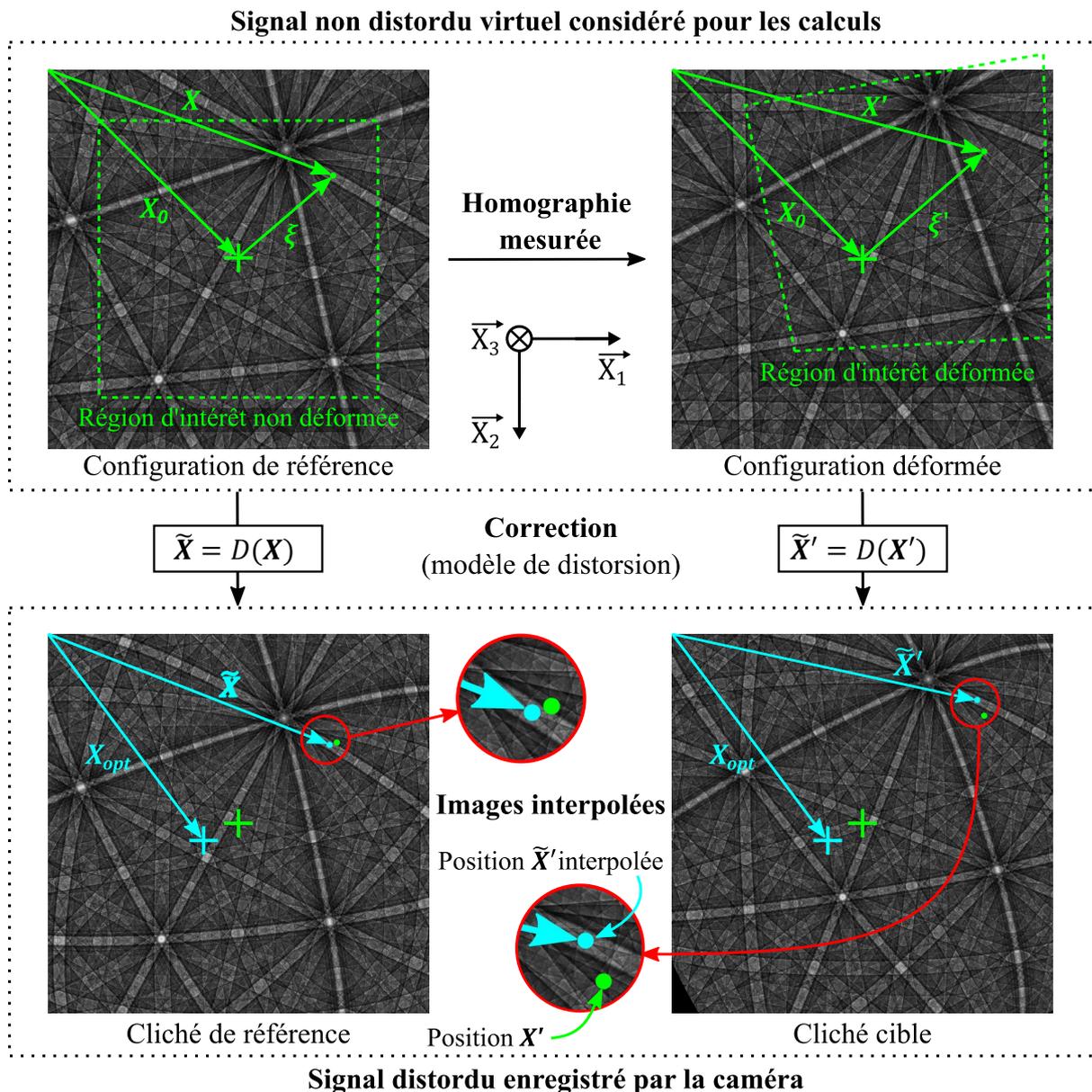


Figure III.12. Principe de fonctionnement de la correction des distorsions optiques intégrée à l'algorithme de Gauss-Newton. L'homographie est mesurée en considérant les clichés non distordus et à chaque fois qu'une interpolation est requise (points verts), le modèle de distorsion corrige la position à interpoler dans les clichés réels distordus (points bleus).

III.3.2. Impact de la correction sur la vitesse d'exécution de l'algorithme IC-GN

Le surcoût numérique de la correction est évalué en comparant la vitesse d'exécution de l'algorithme IC-GN avec et sans correction. Pour cela, 20 000 itérations sont réalisées avec une réinitialisation des paramètres de déformation au début de chaque itération. Chaque itération est ainsi identique. Des temps d'exécution intermédiaires sont enregistrés toutes les 1000 itérations pour vérifier que la vitesse d'exécution est relativement constante. C'est le cas puisqu'aucun écart de plus de 2% n'est observé par rapport à la moyenne.

Le modèle de distorsion considéré est un modèle de Brown-Conrady décrivant des distorsions radiales et tangentielles jusqu'au troisième ordre, à travers les coefficients de distorsion K_i and P_i ($i \in \llbracket 1, 3 \rrbracket$), respectivement :

$$\begin{pmatrix} \tilde{X}_1 \\ \tilde{X}_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} X_1 \\ X_2 \end{pmatrix} + \underbrace{(K_1 \cdot r^2 + K_2 \cdot r^4 + K_3 \cdot r^6)}_{\text{Distorsions radiales}} \cdot \begin{pmatrix} \Delta_1 \\ \Delta_2 \end{pmatrix} + \underbrace{(1 + P_3 \cdot r^2) \cdot \begin{pmatrix} P_1 \cdot (r^2 + 2 \cdot \Delta_1^2) + 2 \cdot P_2 \cdot \Delta_1 \cdot \Delta_2 \\ P_2 \cdot (r^2 + 2 \cdot \Delta_2^2) + 2 \cdot P_1 \cdot \Delta_1 \cdot \Delta_2 \end{pmatrix}}_{\text{Distorsions tangentielles}} \quad (\text{III.32})$$

où $\Delta_i = X_i - X_i^{opt}$ ($i = 1, 2$) et $r = \sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2}$. Pour rappel, $\mathbf{X}_{opt} = [X_1^{opt} \quad X_2^{opt}]^T$ désigne les coordonnées absolues du centre optique. D'une part, ce modèle est largement utilisé, Mingard et al. [76] ont notamment calibré plusieurs caméras EBSD à partir d'une version simplifiée de ce modèle. D'autre part, il est relativement complexe, ce qui tend à surestimer le surcoût de la correction par rapport à des cas plus pratiques. Ainsi, la comparaison sera plus juste puisqu'une optimisation du code (en dehors de la correction) est toujours possible.

La correction augmente le temps d'exécution de $\sim 6,2\%$ lorsque l'image cible est interpolée avec des B-splines biquintiques pour lesquelles les 36 coefficients sont pré-calculés en chaque pixel de l'image. L'expérience est répétée avec une interpolation bicubique pour laquelle les 16 coefficients d'interpolation sont également pré-calculés. Un allongement du temps d'exécution de $\sim 8,2\%$ est observé. Cette valeur est plus élevée car ce second schéma d'interpolation est plus simple. Le coût numérique global de l'algorithme diminue tandis que celui de la correction demeure inchangé. La correction ne devrait donc pas allonger la durée de l'analyse de plus de 10%, surtout que l'utilisation d'un schéma d'interpolation d'ordre élevé est recommandé pour une question de précision [98]. L'utilisation de B-splines est également recommandée dans le cadre de l'algorithme de Gauss-Newton puisque les gradients d'intensité sont déduits des coefficients d'interpolation (voir Blaber et al. [109] pour plus de détails).

III.4. Implémentation dans le logiciel ATEX-software

L'ensemble de l'analyse par HR-EBSD/HR-TKD décrite précédemment est programmée en FORTRAN 90. Le choix de ce langage de programmation (imposé durant la thèse) peut surprendre à l'heure où les autres méthodes HR-EBSD sont essentiellement programmées sous Matlab [82,91,93]. Ce dernier propose de nombreuses fonctions prêtes à l'emploi tandis qu'à l'inverse, aucune des bibliothèques FORTRAN payantes n'est disponible au laboratoire. Il a fallu coder la quasi-totalité du programme, ce qui inclut par exemple les routines d'interpolation. Si cela ralentit la mise en œuvre de la méthode, cette démarche est motivée par la vitesse et la précision d'un langage de haut niveau (non interprété) comme le FORTRAN mais aussi par la volonté de disposer d'un module de HR-EBSD/HR-TKD ne nécessitant pas de logiciel tiers (souvent payant) pour fonctionner. De plus, cela évite les « boîtes noires » dans le code, chaque partie étant ainsi maîtrisée et modifiable.

Le programme FORTRAN est contenu dans un fichier exécutable qui est implémenté dans le logiciel ATEX-software [90], développé au laboratoire. Ce logiciel codé en vb.net possède un module pour l'exploitation des cartographies d'orientation. Il se charge notamment de la détection des grains et du choix des points de référence dont le module HR-EBSD/HR-TKD a besoin en entrée. En sortie de l'analyse HR-EBSD/HR-TKD, il calcule, entre autres, les désorientations intra-granulaires et les densités de dislocation géométriquement nécessaires. Grâce à son interface, dont la [Figure III.13](#) propose un aperçu, l'utilisateur sélectionne aisément les paramètres de l'analyse, suit l'avancement du calcul et visualise les résultats.

III.4. Implémentation dans le logiciel ATEX-software

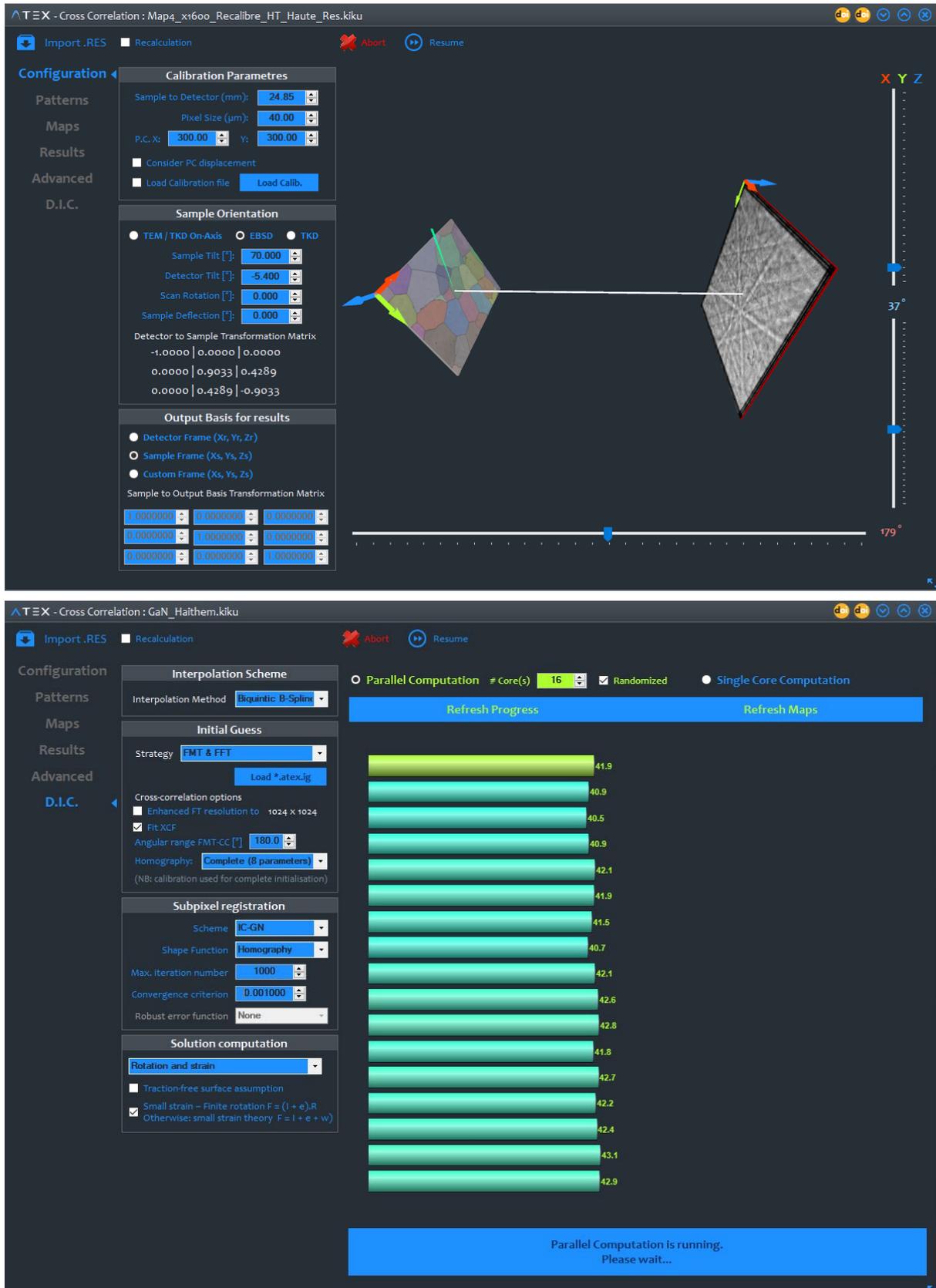


Figure III.13. Aperçu de l'interface du module de HR-EBSD/HR-TKD du logiciel ATEX-software [90].

III.5. Discussion

Ce chapitre a détaillé la mise en œuvre de la méthode à travers les étapes de l'algorithme IC-GN, l'intégration d'une correction des distorsions optiques ainsi que l'initialisation de l'homographie, à partir de l'indexation ou en employant des techniques de corrélation croisée globale. Si la validation numérique de la méthode et son application expérimentale font l'objet des chapitres suivants, des remarques peuvent d'ores et déjà être faites concernant les possibilités d'amélioration du code et les interrogations entourant le choix de certains paramètres.

III.5.1. Remarques concernant l'algorithme IC-GN

A ce stade du développement, de nombreuses optimisations restent possibles, à commencer par la parallélisation de l'algorithme IC-GN [110] sur cartes graphiques (GPU). Ici la parallélisation est réalisée sur les processeurs (CPU). La zone à analyser est divisée en autant de régions que de cœurs disponibles sur les processeurs de l'ordinateur, réduisant proportionnellement le temps d'analyse. Les régions sont analysées simultanément en lançant plusieurs instances de l'exécutable FORTRAN (une tâche, ou *thread*, par cœur). L'ensemble des cœurs du/des processeur(s) est ainsi exploité, comme le souligne le bas de la [Figure III.13](#) où chaque barre turquoise matérialise l'avancement du calcul pour chacun des cœurs. Pour des clichés de 1244×1024 pixels, l'exécution de l'analyse sur 16 cœurs requiert ~9,2 Go de mémoire vive en l'absence de toute optimisation (de nombreux tableaux sont encore stockés de manière redondante par les différentes instances du programme FORTRAN). A noter que la taille mémoire nécessaire à ce type d'analyse peut rendre relativement compliquée une parallélisation sur GPU.

L'efficacité numérique de l'algorithme IC-GN est directement liée à la définition de la convergence. Cette dernière mériterait de faire l'objet d'une étude approfondie.

Premièrement, la valeur de 0,001 pixel utilisée dans la littérature [106,107,110,111] pour le critère de convergence C_{conv} est établie pour des déformations affines entre des imageries de quelques dizaines de pixels de large. La pertinence de cette valeur sera donc vérifiée dans le cadre de la validation numérique de la méthode au chapitre suivant.

Deuxièmement, aucune expression explicite de la norme de l'incrément Δp dans le cas d'une homographie linéaire n'a été trouvée dans la littérature. Une autre définition que celle de l'équation (III.13) est donc envisageable. Pan et al. [111] ont par exemple défini la convergence dans le cadre d'une fonction de forme affine en imposant une valeur de seuil différente pour chacun des paramètres stockés dans Δp . S'ils notent que cette approche est plus stricte qu'un critère basé sur la norme, peut-être est-il possible de compléter la définition de la convergence en prenant également en compte l'évolution des paramètres de déformation ou de leurs incréments, après chaque itération, afin de détecter un éventuel comportement asymptotique.

Troisièmement, il faudrait idéalement être en mesure d'évaluer la valeur optimale du critère de convergence en fonction des données à analyser. Expérimentalement, une convergence de l'algorithme IC-GN est observée en 5 à 8 itérations pour $C_{conv} = 1 \times 10^{-4}$ pixel lors de l'analyse d'un monocristal de GaN caractérisé par EBSD. Ce critère de convergence est en revanche rarement satisfait avec des clichés issus d'un acier IF déformé de 15% et pour lesquels le bruit est plus élevé et qu'en plus le contraste de diffraction est dégradé par la déformation plastique. Cette observation fait écho aux résultats de Vermeij et Hoefnagels [82] où, à critère de convergence constant, l'ajout de 20% de bruit dans des clichés simulés dynamiquement fait passer le nombre d'itérations d'environ 5 à 120 tandis que l'erreur moyenne sur les déformations élastiques passe de $\sim 5 \times 10^{-5}$ à $\sim 8 \times 10^{-5}$. Une adaptation de la valeur du critère C_{conv} à la qualité des données semble donc souhaitable, d'autant plus que satisfaire un critère de convergence faible n'offre pas nécessairement un gain de précision mais augmente inutilement le nombre d'itérations [111].

Enfin, des détails d'implémentation peuvent fortement affecter l'efficacité numérique de l'algorithme IC-GN. Lors de la publication des premiers résultats dans *Acta Materialia* [119], l'incrément Δp été calculé en multipliant le gradient ∇C_{ZNSD}^{IC} par l'inverse de la matrice hessienne, comme dans [106]. Entre temps, la vitesse de convergence a été fortement améliorée, notamment depuis que Δp est calculé en résolvant l'équation (III.12) par décomposition de Cholesky, comme indiqué par Blaber et al. [109]. Bien que la première approche soit mathématiquement juste, il s'avère qu'elle s'accompagne dans le cas présent d'un bruit numérique suffisamment élevé pour affecter notablement la norme de Δp . L'optimisation des performances de la méthode en matière d'efficacité numérique, de robustesse face au bruit ou de précision, nécessite un savoir-faire spécifique et beaucoup de temps, allant bien au-delà du cadre et des objectifs de cette thèse. A ce stade du développement, le nombre maximal d'itérations est empiriquement fixé 1000, même si cela peut sembler élevé.

III.5.2. Remarques concernant l'estimation initiale par corrélation croisée globale

Idéalement, l'estimation initiale doit être la plus précise possible puisqu'elle affecte directement l'efficacité numérique de l'algorithme IC-GN [98]. Ruggles et al. [91] observent une convergence de l'algorithme IC-GN en 3 à 4 itérations lorsque l'estimation initiale est désorientée de $0,1^\circ$. Si la désorientation entre l'estimation et la solution s'accroît, le nombre d'itérations augmente également. Cette augmentation n'est malheureusement pas quantifiée par les auteurs.

La méthode de pré-recalage par corrélation croisée globale repose sur un principe de mesure assez rudimentaire puisqu'il ne tient pas compte des effets de la projection gnomonique. Si l'hypothèse d'une translation globale du cliché est raisonnable pour des petites rotations, elle devient de plus en plus grossière à mesure que la désorientation angulaire augmente. Comme le montre la [Figure III.10b'](#) dans le cas d'une rotation w_1 de 12° , le recalage des images à partir de la transformation rigide mesurée conduit à des résidus initiaux élevés. La prise en compte de la géométrie de projection permet néanmoins de les réduire fortement ([Figure III.10b''](#)). La précision angulaire de la méthode ainsi que l'influence d'une initialisation « partielle » ou « complète » de l'homographie sur la vitesse de convergence seront évaluées lors de la validation numérique de la méthode au chapitre suivant.

Un compromis doit être trouvé entre la précision de l'estimation initiale et le coût numérique pour son obtention, sous peine d'annuler le gain en matière de vitesse de convergence de l'algorithme IC-GN. De ce point de vue, la méthode de pré-recalage proposée repose sur des algorithmes FFT [120] connus pour être particulièrement efficaces. Pour donner un ordre d'idée, son application à des régions d'intérêt de 1024×1024 pixels est numériquement aussi complexe qu'une itération de l'approche HR-EBSD locale avec 40 imageries de taille 256×256 pixels. Le calcul par FFT de la transformée de Fourier discrète d'une image de taille $M \times M$ (où M est une puissance de 2) a en effet une complexité numérique de $O(M^2 \cdot \log_2 M)$ [121] et ce dernier est réalisé respectivement 3 et 5 fois durant les algorithmes FT-CC et FMT-CC, d'où : $(3 + 5) \times (1024^2 \cdot \log_2 1024) \approx 40 \times 3 \times (256^2 \cdot \log_2 256)$.

La technique du *remapping* de Britton et al. [53] n'a pas été retenue car elle est limitée aux faibles rotations autour de \vec{X}_3 . Elle échouerait probablement dans l'exemple expérimental illustré par la [Figure III.7](#) et la [Figure III.9](#). Toujours dans le cadre de l'approche locale, Zhu et al. [62] ont récemment proposé une nouvelle méthode de *remapping* par CIN globale (§I.2.2.3). Si leur méthode apparaît plus précise qu'une seule itération de l'approche HR-EBSD locale, son coût numérique semble

excessif dans le cadre d'une initialisation de l'algorithme IC-GN. Le temps d'exécution du code MATLAB parallélisé de Zhu et al. [62] dure en effet entre une et quatre secondes soit le temps de l'analyse complète d'un point par la méthode proposée ici (à tailles de cliché égales et à cadences de processeur comparables).

Les récents progrès des méthodes d'indexation [32–38,40], plus robustes et potentiellement plus précises que l'indexation basée sur la transformée de Hough, permettront probablement d'éviter l'étape de pré-recalage à l'avenir. Les calculs qu'elles engendrent seront d'une certaine manière inclus dans l'indexation. Ces nouvelles méthodes ont en effet une complexité numérique supérieure à la transformée de Hough, si bien que cette dernière reste encore la norme dans les logiciels commerciaux qui indexent en temps réel.

Afin d'accélérer l'indexation par la méthode du dictionnaire, Foden et al. [33] ont développé une méthode de recalage dont l'esprit est similaire à la technique proposée ici. Ils affinent la résolution angulaire de l'indexation tout en réduisant la taille du dictionnaire en mesurant la translation globale et la rotation plane entre le cliché expérimental et le cliché simulé du dictionnaire ayant montré la meilleure corrélation. Toutefois, la mise en œuvre de leur méthode diffère car les images à recaler sont faiblement désorientées. La translation est directement mesurée par FT-CC en présence d'une rotation plane supposée inférieure à 7° . Le ré-échantillonnage log-polaire est ensuite appliquée directement aux images réelles bien qu'une translation soit présente. La rotation est alors déduite par FT-CC à partir de plusieurs imassettes extraites de la représentation log-polaire plutôt qu'en considérant cette dernière dans sa totalité. L'origine du repère log-polaire coïncide avec le centre de l'image, bien qu'il ne corresponde pas nécessairement au centre de rotation, c'est-à-dire au *PC*. Cette approximation induit une erreur négligeable d'après les auteurs, qui la réduisent en itérant le processus. Ils atteignent une précision de typiquement 0.1° sur l'angle de désorientation après deux itérations pour des clichés simulés de 128×128 pixels.

Si la méthode de Foden et al. [33] semble plus simple que la méthode proposée tout en étant particulièrement précise, plusieurs zones d'ombre entourent sa mise en œuvre. Le nombre, la position et la taille des imassettes utilisées pour mesurer la rotation à partir du ré-échantillonnage log-polaire ne sont pas mentionnées. L'affirmation selon laquelle l'approximation concernant la position du centre de rotation lors du ré-échantillonnage est négligeable s'appuie sur Britton et al. [56]. Aucun propos de ce genre n'est pourtant tenu dans cette référence qui ne traite nullement de ré-échantillonnage log-polaire. Paradoxalement, parmi les autres

références, Wolberg et Zokai [122] soulignent qu'une représentation log-polaire n'est pas d'une grande utilité (« *of limited value* ») si le centre de la rotation diffère de l'origine du repère. Enfin, itérer ne change pas le fait que le ré-échantillonnage log-polaire est en toute logique réalisé avec une résolution angulaire de $\sim 2,8^\circ$ ($360^\circ/128$ pixels). Il n'a pas été possible de reproduire leurs résultats.

III.5.3. Remarques concernant la correction des distorsions optiques

L'intégration d'une correction des distorsions optiques fait écho à Vermeij et Hoefnagels [92], qui en 2018 émettent la possibilité d'une prise en compte des distorsions optiques dans l'algorithme de Gauss-Newton.

La correction impacte la vitesse d'exécution de l'algorithme IC-GN de l'ordre de 5 à 10% pour un modèle de distorsion relativement complexe. La différence est presque imperceptible si une simple distorsion radiale du premier ordre est considérée. Malgré ce ralentissement, la correction tend à réduire le temps complet de l'analyse. Il n'est en effet plus nécessaire de prétraiter tous les clichés de diffraction avant l'analyse, évitant ainsi de calculer deux fois les coefficients d'interpolation : une première fois pour corriger les effets des distorsions optiques à partir du cliché original, une seconde fois pour le recalage du cliché prétraité. Le gain de temps offert par la correction dépend du nombre d'itérations de l'algorithme IC-GN et du temps nécessaire au prétraitement d'une image, lequel dépend principalement du schéma d'interpolation. Avec le code actuel, le pré-calcul des coefficients des B-splines biquintiques d'un cliché de 1200×1200 pixels dure aussi longtemps qu'une centaine d'itérations de l'algorithme IC-GN avec une région d'intérêt de 901×901 pixels.

Pour l'instant, seul le modèle de type Brown-Conrady (équation (III.32)) et ses versions simplifiées sont prises en charge par le logiciel. S'il est facile de compléter la liste des modèles disponibles, il est en revanche plus difficile pour un utilisateur non-averti de déterminer le modèle de distorsion le plus adapté à sa caméra et d'en quantifier les paramètres. De nombreuses méthodes ont été proposées pour calibrer les caméras. Parmi elles, celle de Dufour et al. [123] consiste à reproduire une image numérique sur un support puis à recalibrer l'image distordue de ce support par la caméra par rapport à sa version numérique (non distordue). Elle emploie des techniques de CIN intégrée lui permettant d'atteindre une résolution jusqu'à $\sim 2,5 \times 10^{-3}$ pixels sur les déplacements tout en s'adaptant facilement à différents modèles de distorsion. Sa similarité avec la technique HR-EBSD globale la rend particulièrement intéressante dans la mesure où une partie du code pourrait être commune aux deux méthodes, son amélioration leur étant alors mutuellement bénéfique.

III.6. Conclusions

Mise en œuvre de l'algorithme IC-GN selon le critère C_{ZNSSD}^{IC} :

- L'algorithme IC-GN, qui mesure les paramètres de déformation h_{ij} de l'homographie, est implémenté de manière à optimiser la somme normalisée à zéro des résidus au sens des moindres carrés C_{ZNSSD}^{IC} (équation (II.29)) en considérant les coefficients des B-splines biquintiques pour l'interpolation [109].
- Le critère de convergence C_{conv} est fixée à 0,001 pixel à partir de la littérature [106,107,110,111] avec un nombre maximal de 1000 itérations. Une étude de la définition de la convergence en vue de son optimisation est cependant souhaitable. La pertinence de la valeur de C_{conv} sera vérifiée au chapitre suivant.

Une correction des distorsions optiques intégrée à l'algorithme IC-GN :

- Une correction des distorsions optiques est intégrée à l'algorithme IC-GN. Elle repose sur un modèle de distorsion corrigeant les positions à interpoler de sorte que les paramètres de déformation h_{ij} de l'homographie sont mesurés directement à partir des clichés distordus optiquement. Ceci évite l'étape de prétraitement des clichés visant à corriger les effets de la distorsion.
- Pour un modèle de distorsion relativement complexe, l'utilisation de la correction conduit ici à allongement du temps d'exécution de l'algorithme IC-GN de seulement 5 à 10% selon le schéma d'interpolation utilisé. Ce surcoût numérique est compensé par l'absence de prétraitement des clichés, résultant dans l'ensemble en une réduction du temps d'analyse (sous réserve que l'algorithme IC-GN converge efficacement).
- Le principe de fonctionnement de la correction s'adapte aux modèles de distorsions les plus courants. Il est également transférable aux autres techniques HR-EBSD globales reposant sur un algorithme de Gauss-Newton proposées à ce jour [91–93].

Une stratégie d'initialisation par corrélation croisée globale :

- Une méthode de pré-recalage des clichés de diffraction par corrélation croisée globale vise à assurer une convergence efficace de l'algorithme IC-GN en rendant compte des effets des désorientations jusqu'à une dizaine de degrés. Pour cela, la rotation plane θ_0 entre les clichés est estimée par corrélation croisée basée sur la transformée de Fourier-Mellin (FMT-CC), puis la translation résiduelle (t_1, t_2) est mesurée par corrélation croisée basée sur la transformée de Fourier (FT-CC).

- Les paramètres de déformation de l'homographie sont initialisés à partir des mesures (θ_0, t_1, t_2) . Cette initialisation peut être « partielle » ($h_{31} = h_{32} = 0$) en considérant une transformation rigide (équation (III.27)) ou bien « complète » (équations (III.28) et (III.29)). Cette dernière rend mieux compte des effets de la projection gnomonique mais nécessite une estimation de la géométrie de projection.
- Cette méthode a été développée suites aux difficultés rencontrées expérimentalement avec une initialisation basée sur l'indexation par la transformée de Hough dans les métaux déformés plastiquement. Etant indépendante du chemin suivi, la méthode de pré-recalage n'est pas affectée par les discontinuités telles que les sous-joints de grain. De plus, elle s'adapte aux spécificités des clichés TKD on-axis (présence de tache de diffraction et du faisceau transmis).
- Son principe étant relativement simple, la complexité numérique est raisonnable. Elle équivaut à une itération de l'approche HR-EBSD locale (40 imagettes de 256×256 pixels). Les performances de la méthode dans le cas d'une initialisation partielle ou complète de l'homographie seront évaluées au chapitre suivant.

Implémentation de la méthode dans le logiciel ATEX-software

- La méthode HR-EBSD/HR-TKD globale proposée est programmé en FORTRAN afin de bénéficier de la vitesse de calcul d'un langage non interprété et afin de s'affranchir de logiciel tiers (payant) pour son exécution.
- Le programme FORTRAN est implémenté dans le logiciel ATEX-software [90], développé au laboratoire. Il permet l'analyse des cartes d'orientation ainsi que des résultats obtenus par HR-EBSD/HR-TKD. Son interface graphique facilite l'emploi de la méthode par l'utilisateur.
- L'analyse est parallélisée sur les cœurs du ou des processeurs (CPU). A ce stade, de nombreuses optimisations demeurent possibles, comme la parallélisation de l'algorithme IC-GN [110] sur cartes graphiques.

Chapitre IV. Validation numérique et influence de la distorsion optique... 91

IV.1. Génération des données	92
IV.1.1. Génération d'images tests par déformation d'un cliché simulé dynamiquement ...	92
IV.1.1.1. Simulation d'un cliché de diffraction avec EMSOFT 4.2	92
IV.1.1.2. Génération d'une image test par interpolation de l'image source.....	94
IV.1.2. Cas étudiés et paramètres de mesure.....	95
IV.1.2.1. Paramètres de calibration	95
IV.1.2.2. Rotations et déformations élastiques dans le repère du scintillateur	95
IV.1.2.3. Distorsion optique	97
IV.1.3. Motivations du choix de la méthode de génération des images.....	97
IV.2. Validation numérique de la méthode et variabilité des résultats	100
IV.2.1. Paramètres de l'analyse et définition de l'erreur	100
IV.2.2. Validation numérique	101
IV.2.3. Influence du biais d'interpolation	102
IV.2.4. Performances de la méthode de pré-recalage par corrélation croisée globale.....	103
IV.2.4.1. Précision sur l'angle de désorientation	103
IV.2.4.2. Vitesse de convergence de l'algorithme IC-GN.....	105
IV.2.5. Variabilité des résultats.....	107
IV.2.5.1. Critère de convergence	107
IV.2.5.2. Effet d'un filtre médian ou gaussien	110
IV.3. Nécessité d'une correction des distorsions optiques	111
IV.3.1. Erreur en l'absence de correction	111
IV.3.2. Influence de la position du PC et du centre optique	113
IV.3.3. Nécessité d'une correction.....	115
IV.3.4. Précision requise sur les paramètres du modèle de distorsion.....	117
IV.4. Discussion	120
IV.5. Conclusions	124

Chapitre IV.

Validation numérique et influence de la distorsion optique

Ce chapitre propose une validation numérique de la méthode HR-EBSD/HR-TKD globale en balayant les plages de désorientation angulaire (0 à 14°) et de déformation élastique équivalente (0 à 5×10^{-2}) auxquelles la technique peut être confrontée. En plus de la validation de la méthode en elle-même, il s'agit de quantifier les effets de la distorsion optique. La plupart des résultats de ce chapitre sont publiés dans *Ultramicroscopy* :

- ❖ C. Ernould, B. Beausir, J.-J. Fundenberger, V. Taupin, E. Bouzy, Integrated correction of optical distortions for global HR-EBSD techniques, *Ultramicroscopy*. 221 (2021) 113158.

Dans un premier temps, les conditions du test de validation sont présentées à travers la génération des clichés de diffraction et des 1416 cas étudiés. Ce grand nombre de cas s'explique par le fait que les clichés utilisés ne résultent pas de simulations individuelles. Les motivations de ce choix seront détaillées par la suite.

Dans un second temps, la méthode de recalage est validée en l'absence de distorsion optique, puis en utilisant la correction lorsque les clichés sont soumis à une distorsion radiale du premier ordre. Les performances de la méthode de pré-recalage par corrélation croisée globale sont évaluées, en matière de précision angulaire de l'estimation initiale et la vitesse de convergence de l'algorithme IC-GN. L'influence du critère de convergence ou d'un filtre spatial médian ou gaussien est également étudiée.

Dans un troisième temps, l'erreur induite par la non prise en compte d'une distorsion radiale du premier ordre est quantifiée ainsi que l'influence de la position du *PC* et du centre optique. La nécessité d'une correction sera démontrée, battant en brèche certaines idées reçues de la littérature concernant la technique HR-EBSD. La précision requise sur les paramètres du modèle de distorsion afin d'assurer l'efficacité de la correction sera finalement évaluée.

IV.1. Génération des données

Cette section décrit le processus de génération des images ainsi que les cas étudiés. Les clichés générés ne résultant pas de simulations dynamiques individuelles, les motivations de ce choix sont détaillées.

IV.1.1. Génération d'images tests par déformation d'un cliché simulé dynamiquement

IV.1.1.1. Simulation d'un cliché de diffraction avec EMSOFT 4.2

Le cliché de diffraction d'une maille d'aluminium non déformée est simulé dynamiquement en utilisant la version compilée du logiciel EMSOFT 4.2 [124]. Les paramètres de la simulation sont résumés dans le [Tableau IV.1](#). Un *master pattern* permettant de reconstruire l'ensemble de la sphère de Kikuchi est calculé puis un cliché de diffraction d'orientation arbitraire (75° , 125° , 15°) est déduit de ce dernier.

Matériaux			
Elément chimique		Aluminium	
Structure		CFC	
Paramètre de maille		0.4 nm	
Constante de Debye-Waller		0.004 nm ²	
Simulation de Monte-Carlo			
Nombre d'électrons		2×10^9	
Inclinaison de l'échantillon		70°	
Energie du faisceau incident		20 keV	
Energie minimale considérée		15 keV	
Pas des niveaux d'énergie		1 keV	
Profondeur maximale de sortie		100 nm	
Pas suivant la profondeur		1 nm	
Simulation du <i>master pattern</i>			
Plus petite distance inter-réticulaire considérée		0.05 nm	
Résolution de l'image		1000 (2001×2001)	
Constantes de Bethe		4 / 8 / 50	
Simulation du cliché de diffraction			
Inclinaison de la caméra	0°	Courant de sonde	150 nA
Angles d'Euler	(75° , 125° , 15°)	Temps d'exposition	100 μ s
Résolution du détecteur	2400×2400	Energie minimale	20 keV
Taille de pixel	20 μ m	Energie maximale	20 keV
Distance échantillon-écran	16 mm	Inclure le fond continu	Non
Position du PC	0, 0 (centré)	Inclure du bruit	Non
Profondeur des couleurs	Entiers 16-bit	Gamma	0.33

Tableau IV.1. Paramètres de la simulation.

Le cliché simulé est désigné « image source » sur la [Figure IV.1](#), il mesure 2400×2400 pixels avec une taille de pixel de 20 microns. Des clichés test de 1200×1200 pixels ayant la même taille de pixel sont construits en extrayant des régions de l'image source (zone délimitée en bleu clair). L'image source est quatre fois plus grande que les clichés cibles afin de contenir tous les points à interpoler pour la construction de ces derniers, y compris lorsqu'une rotation de 14° est appliquée autour de l'un des axes. Le cliché de référence correspond à la région centrale de l'image source (carré en pointillés blancs).

La taille de pixel et la résolution des clichés test correspondent à la résolution maximale de la caméra Bruker eFlash HR+ utilisée durant cette thèse. Concernant la géométrie du système, une distance échantillon-détecteur DD typique de 16 mm est utilisée pour la simulation avec une inclinaison de l'échantillon de 70° par rapport à l'horizontale. A noter que le temps d'exposition et le courant de sonde n'ont aucune influence sur le résultat.

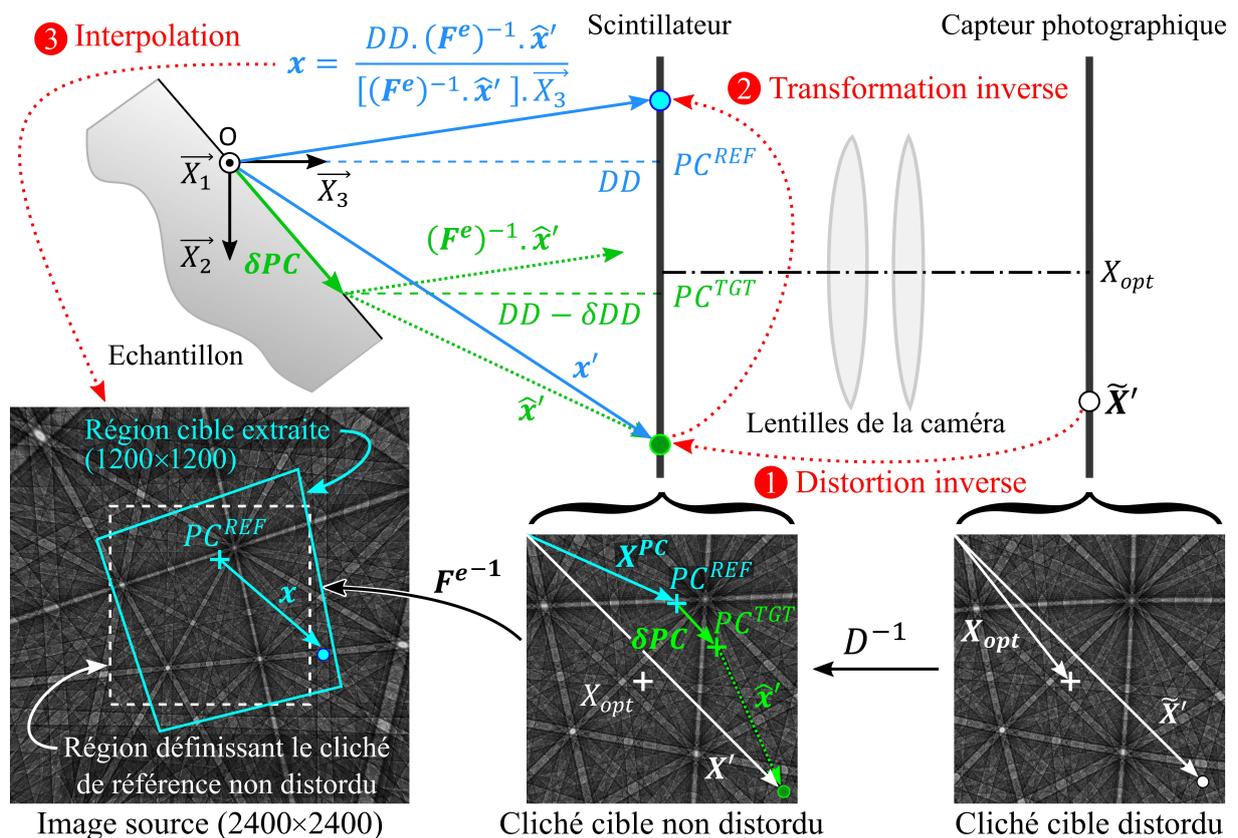


Figure IV.1. Schéma illustrant la géométrie de projection et les étapes de la génération des clichés de taille 1200×1200 pixels en interpolant un cliché simulé dynamiquement de taille 2400×2400 pixels correspondant à une maille d'aluminium non-déformée (l'image source).

IV.1.1.2. Génération d'une image test par interpolation de l'image source

La génération d'un cliché cible nécessite de déterminer la position dans l'image source de l'antécédent de chacun de ses pixels par la transformation F^e , les effets liés au déplacement de la sonde δPC et la distorsion optique. Ce cheminement est illustré par les flèches rouges sur la [Figure IV.1](#).

Tout d'abord, l'antécédent X' dans la configuration non distordue d'un point \tilde{X}' dans la configuration distordue est déterminé à partir du modèle de distorsion inverse D^{-1} . En pratique, des problèmes de non-linéarité rendent l'inversion d'un modèle de distorsion D très délicate. Si l'utilisateur peut utiliser des modèles potentiellement complexes, les besoins de la validation numérique nécessitent de se limiter à un modèle simple. En l'occurrence, une distorsion radiale du premier ordre est considérée, c'est à dire que seul K_1 est non nul dans l'équation (III.32), soit :

$$D : \begin{pmatrix} \tilde{X}_1 \\ \tilde{X}_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} X_1 \\ X_2 \end{pmatrix} + (K_1 \cdot r^2) \cdot \begin{pmatrix} \Delta_1 \\ \Delta_2 \end{pmatrix} \quad (IV.1)$$

avec $\Delta_i = X_i - X_i^{opt}$ ($i = 1, 2$) et $r = \sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2}$, où X_i^{opt} désigne les coordonnées absolues du centre optique. Drap et al. [86] ont démontré que l'inverse d'une distorsion radiale du premier ordre est une distorsion radiale d'ordre 9 :

$$D^{-1} : \begin{pmatrix} X_1 \\ X_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \tilde{X}_1 \\ \tilde{X}_2 \end{pmatrix} + \sum_{i=1}^9 b_i \cdot r^{2i} \cdot \begin{pmatrix} \Delta_1 \\ \Delta_2 \end{pmatrix} \quad (IV.2)$$

avec $\Delta_i = \tilde{X}_i - X_i^{opt}$ ($i = 1, 2$) et où les neuf coefficients de distorsion b_i se déduisent analytiquement de K_1 :

$$\left\{ \begin{array}{l} b_1 = -K_1 \\ b_2 = 3 \cdot K_1^2 \\ b_3 = -12 \cdot K_1^3 \\ b_4 = 55 \cdot K_1^4 \\ b_5 = -273 \cdot K_1^5 \\ b_6 = 1428 \cdot K_1^6 \\ b_7 = -7752 \cdot K_1^7 \\ b_8 = 43263 \cdot K_1^8 \\ b_9 = -246675 \cdot K_1^9 \end{array} \right. \quad (IV.3)$$

A noter que ces formules sont une version simplifiée de celles de Drap et al. [86], qui inversent une distorsion radiale d'ordre 4. Seul l'ordre 1 est ici pris en compte. Tout d'abord, la distorsion radiale du premier ordre a un effet prédominant tandis que les termes d'ordre 3 ou supérieur sont généralement négligeables [89]. Ce modèle est donc couramment utilisé, notamment par Britton et al. [56] et Mingard et al. [76] en ce qui concerne la technique HR-EBSD. De plus, il s'agit de limiter les instabilités numériques [86], le modèle inverse d'une distorsion radiale d'ordre 1 impliquant déjà la

multiplication de nombres très grands ($r^{18} \approx 10^{52}$) avec des nombres très petits ($K_1^9 \approx 10^{-63}$).

Une fois la position \mathbf{X}' sur le scintillateur identifiée, la deuxième étape consiste à trouver son antécédent \mathbf{X} sur le scintillateur par la transformation \mathbf{F}^e ainsi que les effets liés au déplacement de la sonde $\delta\mathbf{PC}$. A cet effet, les positions relatives au PC du cliché de référence sont considérées : $\mathbf{x} = \mathbf{X} - \mathbf{X}^{PC}$ et $\mathbf{x}' = \mathbf{X}' - \mathbf{X}^{PC}$. D'après le modèle mécanique [1,51] sur lequel repose les techniques HR-EBSD (§I.2.1.2), ces positions sont reliées comme suit :

$$\mathbf{x} = \frac{DD}{(\mathbf{F}^{e^{-1}} \cdot \mathbf{x}') \cdot \vec{X}_3} (\mathbf{F}^{e^{-1}} \cdot \mathbf{x}') \quad (\text{IV.4})$$

si la géométrie de projection est constante ($\delta\mathbf{PC} = \mathbf{0}$). Dans le cas contraire, la position \mathbf{x}' doit être substituée par $\hat{\mathbf{x}}' = \mathbf{x}' - \delta\mathbf{PC}$ dans l'équation précédente (flèches vertes sur la Figure IV.1). Il ne reste alors plus qu'à ajouter un décalage de 600 pixels aux coordonnées absolues $\mathbf{X} = \mathbf{x} + \mathbf{X}^{PC}$ pour définir la position à interpoler dans l'image source. Par défaut, l'interpolation est effectuée à partir des coefficients des B-splines biquintiques.

IV.1.2. Cas étudiés et paramètres de mesure

IV.1.2.1. Paramètres de calibration

Sauf mention contraire, le PC du cliché de référence est placé en $\mathbf{X}^{PC} = [625 \ 400]^T$ et la distance échantillon-détecteur DD vaut 16 mm. La géométrie de projection des clichés cibles diffère de $\delta\mathbf{PC} = [5 \ -3 \ -1.0919]^T$ pixels par rapport à celle de la référence. Le déplacement du PC correspond ici à un déplacement de la sonde d'environ 115 μm tandis que la distance échantillon-détecteur des clichés cible augmente de 21,838 μm ($1.0919 \times 20 \mu\text{m}/\text{pixel}$) par rapport à celle de la référence. Comme l'illustre la Figure IV.1, une variation δDD positive rapproche la sonde du scintillateur, l'axe \vec{X}_3 étant orienté vers ce dernier.

IV.1.2.2. Rotations et déformations élastiques dans le repère du scintillateur

Un jeu de données est composé de 1416 cas. Ils sont répartis en deux groupes de même taille. Pour le premier (Tableau IV.2), les rotations du cristal sont fixées de sorte que l'angle de désorientation $\Delta\theta$ varie entre 0,1 et 14°. Il y a 118 cas : 58 pour lesquels la désorientation est équitablement répartie sur les trois axes et 60 cas pour lesquels la rotation est portée par un seul axe (20 cas par axe, les valeurs concernées sont indiquées en gras dans le tableau). Le signe de chaque rotation est aléatoire. A ces 118 cas sont combinés 6 états de déformation élastique différents. Ils sont choisis de sorte que la

IV.1. Génération des données

déformation élastique équivalente de von Mises ε_{vm} soit égale à : 0 (pas de déformation), 5×10^{-4} , 2×10^{-3} , 5×10^{-3} , 1×10^{-2} et 2×10^{-2} .

118=58+3×20 cas en variant l'angle de désorientation $\Delta\theta$														
58 cas $w_{1,2,3} = \pm\Delta\theta/\sqrt{3}$			20 cas* $w_1 = \pm\Delta\theta, w_{2,3} = 0$					20 cas* $w_2 = \pm\Delta\theta, w_{1,3} = 0$					20 cas* $w_3 = \pm\Delta\theta, w_{1,2} = 0$	
*correspondent aux valeurs indiquées en gras ci-dessous														
où $\Delta\theta \in [0,1^\circ ; 14^\circ]$														
		0,10	0,11	0,12	0,13	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,20	0,22	0,24
0,26	0,28	0,30	0,33	0,37	0,40	0,45	0,50	0,60	0,70	0,80	0,90	1,0	1,1	1,2
1,3	1,4	1,5	1,6	1,7	1,8	1,9	2,0	2,2	2,4	2,6	2,8	3,0	3,3	3,7
4,0	4,5	5,0	6,0	7,0	8,0	9,0	10,0	10,3	10,7	11,0	11,5	12,0	13,0	14,0
6 valeurs pour la déformation élastique équivalente de von Mises ε_{vm}														
ε_{vm}	Non déf.		$\sim 5 \times 10^{-4}$	$\sim 2 \times 10^{-3}$	$\sim 5 \times 10^{-3}$	$\sim 1 \times 10^{-2}$	$\sim 2 \times 10^{-2}$							
$\varepsilon_{11} [10^{-4}]$	0		1,7	-10	-11	50	83							
$\varepsilon_{12} [10^{-4}]$	0		-2,3	6	22	-41	96							
$\varepsilon_{13} [10^{-4}]$	0		2,5	-11	24	52	77							
$\varepsilon_{22} [10^{-4}]$	0		-1,9	5	16	-44	95							
$\varepsilon_{23} [10^{-4}]$	0		2	9	25	-30	83							
$\varepsilon_{33} [10^{-4}]$	0		0	0	0	0	0							

Tableau IV.2. Aperçu des cas testés en faisant varier la désorientation angulaire de 0,1 à 14°.

Le second groupe (Tableau IV.3) est construit de manière analogue au premier. Cette fois, c'est la déformation élastique équivalente ε_{vm} qui varie entre 1×10^{-4} et 5×10^{-2} . Il y a à nouveau 118 cas : 58 pour lesquels la déformation élastique est équitablement répartie sur chaque composante de déformation (hors ε_{33}) et 60 cas pour lesquels la déformation est appliqué sur une seule composante (12 cas par composante, hormis ε_{33} , ils sont indiqués en gras dans le tableau). Le signe de chaque composante est aléatoire. Ces 118 cas sont combinés à 6 angles de désorientation $\Delta\theta$ différents, à savoir : 0° , $0,3^\circ$, $0,6^\circ$, 1° , $1,5^\circ$ et 3° . Les petites désorientations sont privilégiées car les déformations élastiques sont usuellement mesurées dans des matériaux déformés de manière purement élastique ou faiblement plastifiés.

Les composantes de rotation w_i et les composantes de déformation élastique ε_{ij} sont exprimées dans le repère du scintillateur : $\mathcal{R} = O(\vec{X}_1, \vec{X}_2, \vec{X}_3)$. Les clichés sont générés en considérant la décomposition polaire à gauche du tenseur gradient de transformation F^e (SI.2.1.3) :

$$F^e = \begin{bmatrix} 1 + \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} & 1 + \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} & \varepsilon_{23} & 1 + \varepsilon_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c_2 \cdot c_3 & s_1 \cdot s_2 \cdot c_3 - c_1 \cdot s_3 & c_1 \cdot s_2 \cdot c_3 + s_1 \cdot s_3 \\ c_2 \cdot s_3 & s_1 \cdot s_2 \cdot s_3 + c_1 \cdot c_3 & c_1 \cdot s_2 \cdot s_3 - s_1 \cdot c_3 \\ -s_2 & s_1 \cdot c_2 & c_1 \cdot c_2 \end{bmatrix} \quad (IV.5)$$

IV.1. Génération des données

où $c_i = \cos(w_i)$ et $s_i = \sin(w_i)$ ($i \in \llbracket 1, 3 \rrbracket$). La méthode étant insensible à la dilatation hydrostatique, la composante ε_{33} est systématiquement nulle. De cette manière, les valeurs mesurées sont directement comparables aux valeurs d'entrée.

118=58+3×20 cas en variant la déformation élastique équivalente de von Mises ε_{vm}														
60 cas		12 cas*		12 cas*		12 cas*		12 cas*		12 cas*		12 cas*		
$\varepsilon_{ij} = \pm \sqrt{(3 \cdot \varepsilon_{vm}^2)/16}$		$\varepsilon_{11} = \varepsilon_{vm}$		$\varepsilon_{12} = \varepsilon_{vm}$		$\varepsilon_{13} = \varepsilon_{vm}$		$\varepsilon_{22} = \varepsilon_{vm}$		$\varepsilon_{23} = \varepsilon_{vm}$		$\varepsilon_{33} = \varepsilon_{vm}$		
sauf $\varepsilon_{33} = 0$		$\varepsilon_{ij} = 0$ pour toutes les autres composantes												
*correspondent aux valeurs indiquées en gras ci-dessous														
où $\varepsilon_{vm} \in [1 \times 10^{-4} ; 5 \times 10^{-2}]$														
$\times 10^{-4}$		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	14	16
18	20	22	24	26	28	30	32	34	36	38	40	42	44	46
48	50	52,5	55	57,5	60	62,5	65	67,5	70	72,5	75	77,5	80	82,5
85	87,5	90	95	100	125	150	175	200	250	300	350	400	450	500
6 valeurs pour l'angle de désorientation $\Delta\theta$														
$\Delta\theta$ [°]		0	~0,3	~0,6	~1	~1,5	~3							
w_1 [°]		0	0,173	0,346	0,577	0,866	1,732							
w_2 [°]		0	0,173	0,346	0,577	0,866	1,732							
w_3 [°]		0	0,173	0,346	0,577	0,866	1,732							

Tableau IV.3. Aperçu des cas testés en faisant varier le niveau de déformation élastique équivalente de 1×10^{-4} à 5×10^{-2} .

IV.1.2.3. Distorsion optique

Mingard et al. [76] ont mesuré la distorsion radiale et le décentrage du centre optique pour un large panel de caméras EBSD. Pour les caméras ayant une résolution de l'ordre de 1000×1000 pixels, le coefficient K_1 vaut typiquement -3×10^{-8} avec des valeurs extrêmes d'environ -7×10^{-8} et 3×10^{-8} . Le centre optique est quant à lui distant du centre du scintillateur de ~ 15 à ~ 55 pixels. En l'absence de mention contraire, les clichés sont générés en considérant un centre optique placé en $\mathbf{X}_{opt} = [570 \quad 620]^T$, soit un décalage de ~ 36 pixels par rapport au centre. Dix valeurs de K_1 seront testées : 3, 1, -0.5 , -1 , -2 , -3 , -4 , -5 , -7 , -9 ($\times 10^{-8}$), auxquelles s'ajoute le cas non distordu ($K_1=0$).

IV.1.3. Motivations du choix de la méthode de génération des images

Les images utilisées ne sont pas des clichés simulés individuellement mais les déformées d'un cliché simulé. Il y a plusieurs motivations pour ce choix.

Tout d'abord, cette approche permet de générer et de recalibrer les images en utilisant le même schéma d'interpolation, en l'occurrence des B-splines biquintiques. Le biais d'interpolation est alors fortement diminué sans être toutefois totalement supprimé [125]. D'une part, l'effet du biais d'interpolation pourra être visualisé en

généralant occasionnellement les clichés avec une interpolation bicubique de l'image source. D'autre part, la réduction du biais d'interpolation et l'absence d'éventuelles erreurs ou approximations intrinsèques à la simulation permettent de mieux isoler les effets de la distorsion optique. Ce deuxième point est particulièrement important lorsqu'il s'agira d'estimer la précision requise sur les paramètres du modèle de distorsion.

En plus de ces motivations, l'approche utilisée est confortée par les études relatives à la méthode HR-EBSD. Les clichés simulés dynamiquement ou expérimentaux sont nécessaires pour prouver la validité du modèle mécanique. Ce dernier ne tient en effet pas compte de certains phénomènes de diffraction comme la variation du contraste de bande avec l'orientation ou encore la variation de la largeur de bande sous l'effet des déformations élastiques.

Si la question du contraste de bande a été légitimement posée par Maurice et al. [52] lors de l'introduction de la méthode du *remapping*, les auteurs n'ont cependant pas observé d'augmentation de l'erreur à partir de clichés simulés dynamiquement allant jusqu'à 15° de désorientation. Le même constat peut être fait à partir des résultats de Vermeij et Hoefnagels [92] pour des désorientations allant jusqu'à 12°. Ces derniers ont également considéré des clichés simulés dynamiquement et des déformations élastiques équivalentes de 5×10^{-4} , 2×10^{-3} et 1×10^{-2} . D'après eux, les variations de la largeur de bande ne remettent pas en cause la validité du modèle mécanique, y compris lorsque les déformations élastiques sont de l'ordre du pourcent. Si les auteurs observent certes une hausse de l'erreur avec la déformation élastique équivalente, elle atteint $\sim 2 \times 10^{-5}$ au maximum. Ce niveau reste bien inférieur à la précision de 1×10^{-4} communément attribuée à la technique HR-EBSD dans des conditions expérimentales adaptées.

Plus généralement, aucune des nombreuses études menées ces quinze dernières années à partir de clichés expérimentaux [30,51,63,65–67,93] ou de clichés simulés [52,53,56,59,91,92] n'a remis en question la pertinence du modèle mécanique utilisé [1,51]. Les effets de la diffraction omis par la méthode de génération des images adoptée ici sont visiblement secondaires.

Ce chapitre propose donc une validation numérique de la méthode en montrant qu'elle est capable de déterminer correctement un champ de déplacement décrit par le modèle mécanique de la technique HR-EBSD. En étant extraites d'un cliché simulé dynamiquement, les images considérées ont une distribution et des gradients d'intensité représentatifs de l'application visée. Leur génération est numériquement

beaucoup moins coûteuse que des simulations individuelles, ce qui permet de tester de très nombreux cas. Ces derniers englobent les petites déformations élastiques présentes dans les métaux ($<2 \times 10^{-3}$) ainsi que les déformations plus larges observées dans les semi-conducteurs (de l'ordre de 10^{-2}) pour des désorientations angulaires allant jusqu'à une dizaine de degrés (typique des désorientations intra-granulaires dans un métal déformé plastiquement). Par ailleurs, des états de déformation généraux et complexes sont considérés ([Tableau IV.2](#)).

IV.2. Validation numérique de la méthode et variabilité des résultats

Après avoir listé les paramètres de l'analyse et défini l'erreur, cette section propose dans un premier temps une validation numérique de la méthode de recalage et de sa correction intégrée des distorsions optiques. L'influence du biais d'interpolation sur la précision est également évaluée. Dans un second temps, la précision angulaire de l'estimation initiale par corrélation croisée globale est déterminée puis les initialisations partielle ou complète de l'homographie sont comparées en matière de vitesse de convergence de l'algorithme IC-GN. Dans un dernier temps, l'influence de la valeur du critère de convergence C_{conv} sur la précision et sur la vitesse de convergence est étudiée, ainsi que celle d'un filtre spatial médian ou gaussien.

IV.2.1. Paramètres de l'analyse et définition de l'erreur

Sauf mention contraire, aucun filtre n'est appliqué aux images. Le point X_0 coïncide avec le centre géométrique des clichés. C'est également le centre des régions d'intérêt, dont la taille vaut 1024×1024 pixels pour le pré-recalage par corrélation croisée globale et 901×901 pixels pour l'algorithme IC-GN. Ce dernier est exécuté à partir d'une initialisation complète de l'homographie (§III.2.2.3). Il utilise les coefficients des B-splines biquintiques pour l'interpolation des images et le calcul des gradients d'intensités tandis que le critère de convergence est fixé à 0,001 pixel avec un nombre maximal de 1000 itérations. Les rotations et déformations élastiques sont déterminées à partir de la décomposition polaire à gauche de la solution \widehat{F}^e obtenue à l'issue du recalage (§I.2.1.3).

L'erreur est calculée pour chaque composante de rotation et de déformation élastique, en prenant la valeur absolue de la différence entre la valeur mesurée et celle d'entrée (*input*). Par la suite, l'erreur maximale

$$E = \max(|\varepsilon_{ij} - \varepsilon_{ij}^{input}|, |\omega_i - \omega_i^{input}|), \quad (IV.6)$$

ou l'erreur maximale relative en pourcents

$$E_r = 100 * \max\left(\left|\frac{\varepsilon_{ij} - \varepsilon_{ij}^{input}}{\varepsilon_{ij}^{input}}\right|, \left|\frac{\omega_i - \omega_i^{input}}{\omega_i^{input}}\right|\right), \quad (IV.7)$$

où $i, j \in \llbracket 1, 3 \rrbracket$ sont considérées. A noter que les termes nuls en entrée sont ignorés dans le calcul de l'erreur relative maximale.

IV.2.2. Validation numérique

La Figure IV.2a,b présente les résultats pour des clichés générés sans distorsion optique et recalés sans correction. Aucune différence notable n'est observée entre les six états de déformation (Tableau IV.2) et les six angles de désorientation (Tableau IV.3). Les erreurs en fonction de l'angle de désorientation (Figure IV.2a) et en fonction de la déformation élastique équivalente (Figure IV.2b) sont donc représentées sous la forme de régions grises délimitées par le minimum et le maximum de l'erreur maximale parmi les six cas étudiés.

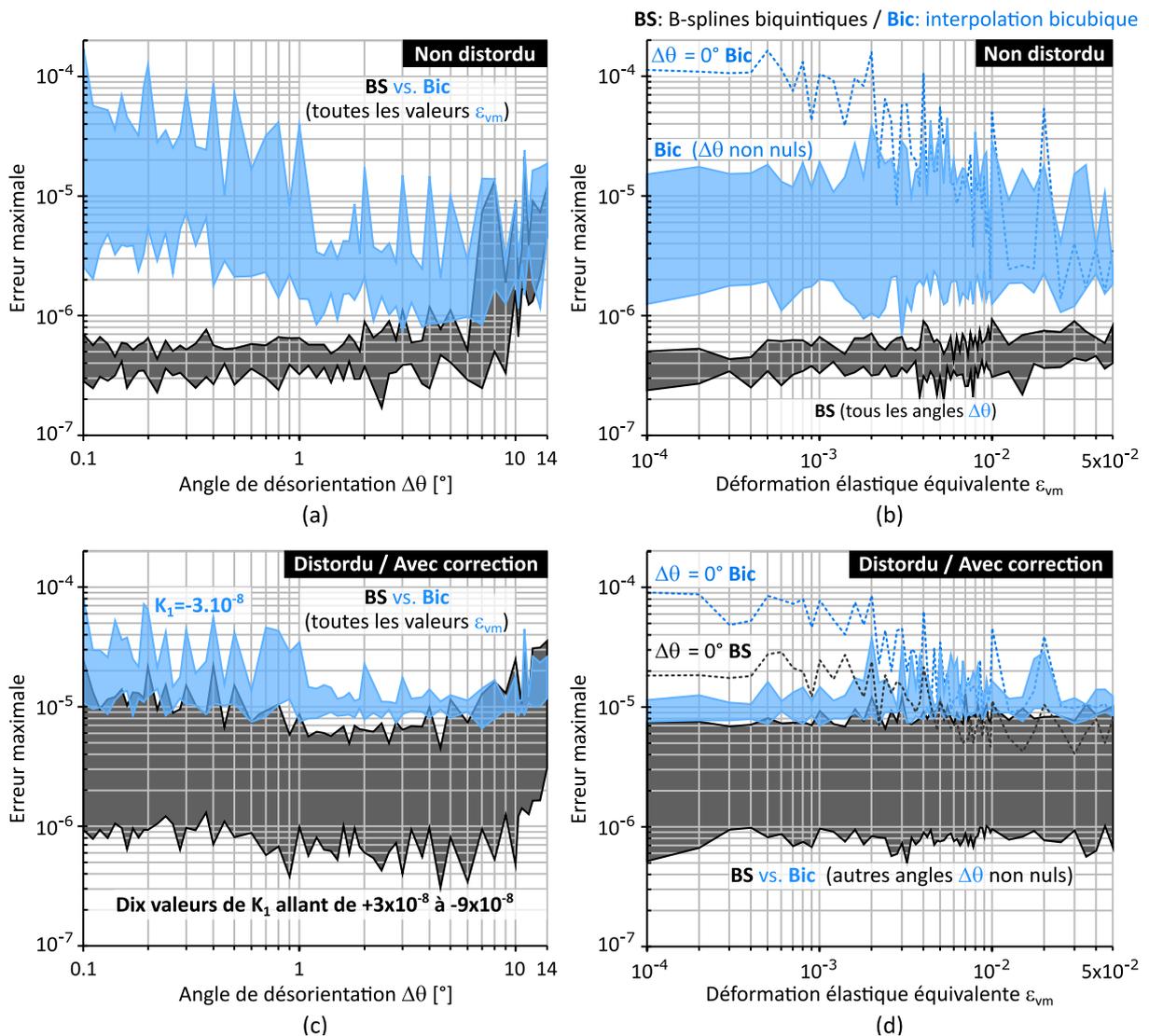


Figure IV.2. Erreur maximale lorsque les clichés sont générés à partir des coefficients des B-splines biquintiques (noir) ou avec une interpolation bicubique (bleu) de l'image source. (a, b) Erreur en l'absence de distorsion. (c, d) Erreur en utilisant la correction intégrée en présence de distorsions radiales du premier ordre. Erreur (a, c) en fonction de l'angle de désorientation $\Delta\theta$ et (b, d) en fonction de la déformation élastique équivalente ε_{vm} .

L'erreur est relativement constante et vaut typiquement 5×10^{-7} . L'obtention d'une erreur aussi faible s'explique certes par la nature des images utilisées mais également par la forte réduction du biais d'interpolation (§IV.1.3), dont l'influence sur la précision sera mise en évidence par la suite. A noter également une augmentation de l'erreur aux plus grandes désorientations avec un maximum d'environ 1×10^{-5} . Elle est principalement attribuée à l'introduction de bruit lorsque la région d'intérêt déformée quitte le cliché cible. Des résultats complémentaires montreront que la précision de l'estimation initiale n'est pas en cause.

Des clichés distordus sont générés pour dix valeurs du coefficient K_1 (§IV.1.2.3) puis recalés en utilisant la correction. L'erreur est à nouveau représentée par des régions grises, en fonction de l'angle de désorientation (Figure IV.2c) et en fonction de la déformation élastique équivalente (Figure IV.2d). Dans le premier cas, la région grise est délimitée à partir du minimum et du maximum de l'erreur observée parmi les six états de déformation étudiés pour l'ensemble des dix valeurs de K_1 . Dans le second cas, la démarche est analogue sauf que les cas sans rotation ($\Delta\theta = 0^\circ$) sont traités séparément. Ces derniers présentent en effet une erreur plus élevée aux faibles déformations élastiques, dont le maximum observé est représenté par une ligne en pointillés noirs sur la Figure IV.2d.

L'erreur maximale vaut typiquement 5×10^{-6} . Si cela valide le principe de la correction intégrée des distorsions optiques, l'erreur est environ un ordre de grandeur plus élevée qu'en l'absence de distorsion (Figure IV.2a,b), de même que sa dispersion qui est de $\sim 1 \times 10^{-5}$. Cette augmentation est probablement imputable à des instabilités numériques dans le modèle de distorsion inverse.

IV.2.3. Influence du biais d'interpolation

L'influence du biais d'interpolation sur la précision est illustrée en utilisant une interpolation bicubique de l'image source pour générer des clichés non distordus et des clichés distordus dans le cas d'une distorsion radiale typique ($K_1 = -3 \times 10^{-8}$).

Pour les clichés non distordus, l'erreur (régions bleues, Figure IV.2a,b) est comme attendue plus élevée que lorsque le même schéma d'interpolation est utilisé pour la génération et le recalage des clichés (régions grises) [125]. Elle atteint notamment 1×10^{-4} aux faibles désorientations comprises entre $0,1$ à $0,2^\circ$ (Figure IV.2a). Ce niveau d'erreur est également observé en l'absence de rotations pour une déformation élastique équivalente inférieure à $\sim 2 \times 10^{-3}$, comme indiqué par le trait en pointillés bleus sur la Figure IV.2b. L'erreur diminue cependant progressivement lorsque la

déformation élastique équivalente augmente et finit par atteindre le niveau d'erreur associé aux cinq autres angles de désorientation. Ce « rattrapage » se produit lorsque $\varepsilon_{vm} \geq \sim 5 \times 10^{-3}$, c'est-à-dire lorsque les effets des déformations élastiques deviennent aussi importants que ceux des rotations ($0,3^\circ \approx 5 \times 10^{-3}$ radians).

Pour les clichés distordus, les résultats sont similaires (régions bleues, [Figure IV.2c,d](#)). Seule la limite inférieure des régions bleues est désormais proche de 1×10^{-5} contre 1×10^{-6} auparavant. Cette augmentation, déjà observée dans le cas de B-splines biquintiques est toujours attribuée aux instabilités numériques introduites par le modèle de distorsion inverse.

Si la génération des clichés avec une interpolation bicubique conduit à des erreurs quasiment toujours supérieures à celles observées pour des B-splines biquintiques, elles ne remettent pas en cause la validité de la méthode proposée.

IV.2.4. Performances de la méthode de pré-recalage par corrélation croisée globale

Les performances de l'estimation initiale par corrélation croisée globale sont évaluées à partir de clichés non distordus et partageant la même géométrie de projection ($\delta PC = \mathbf{0}$). L'erreur sur l'angle de désorientation est d'abord mesurée puis les initialisations partielle ($h_{31} = h_{32} = 0$) et complète de l'homographie sont comparées en matière de vitesse de convergence. Les résultats sont également discutés à la lumière d'une estimation « idéale » de la solution, où les rotations sont à priori connues de manière exacte.

IV.2.4.1. Précision sur l'angle de désorientation

Les rotations sont estimées à partir des mesures par corrélation croisée globale à l'aide des équations [\(III.28\)](#) et [\(III.29\)](#). La désorientation de l'estimation initiale par rapport à la solution est ensuite déterminée. Son calcul est identique dans le cas d'une initialisation partielle ou complète de l'homographie, ces dernières n'influençant que la forme de la région cible initialement déformée.

La désorientation entre l'estimation initiale et la solution est représentée sur la [Figure IV.3](#). Dans un premier temps, on ne considère pas les cas extrêmes où la désorientation ou la déformation élastique équivalente sont respectivement portées par une seule composante ([Figure IV.3a,b](#)). Quand $\varepsilon_{vm} \leq 5 \times 10^{-3}$, l'estimation initiale est typiquement désorientée de $0,25^\circ$ par rapport à la solution quand $\Delta\theta \leq 2^\circ$ et de $0,5^\circ \pm 0,25^\circ$ aux grandes désorientations. L'augmentation de l'angle de désorientation apparaît toutefois moins problématique que la présence de déformations élastiques

supérieures ou égales à 1%. Pour ces dernières, la précision angulaire de l'estimation initiale se dégrade fortement comme le montre la [Figure IV.3b](#) ou encore le détachement de la courbe marron ($\varepsilon_{vm} = 2 \times 10^{-2}$) par rapport aux autres états de déformation considérés sur la [Figure IV.3a](#). L'erreur reste malgré tout inférieure au degré dans l'immense majorité des cas.

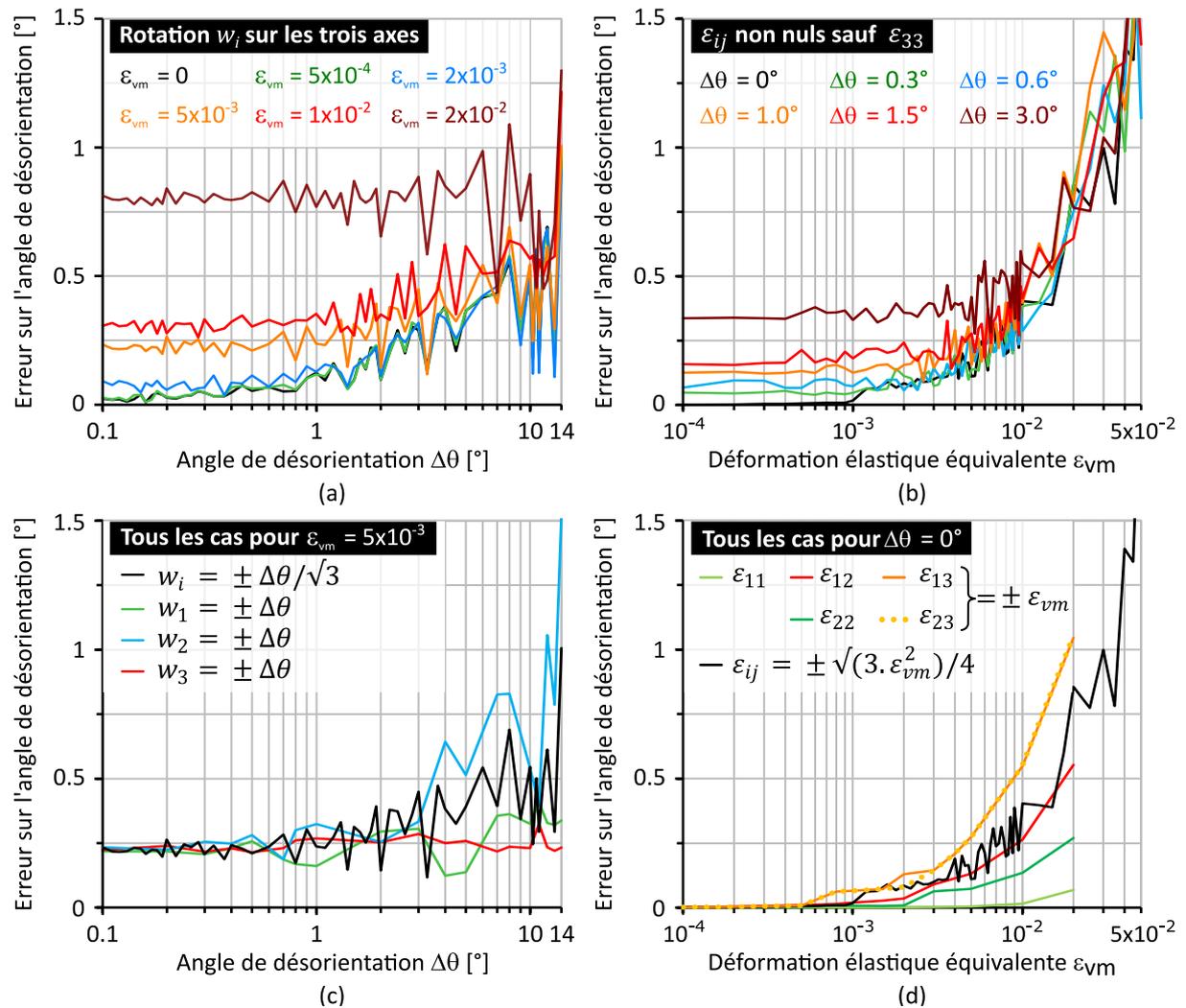


Figure IV.3. Erreur sur l'angle de désorientation estimée par l'étape de pré-recalage par corrélation croisée globale en fonction (a) de l'angle de désorientation $\Delta\theta$ pour différents états de déformation, (b) de la déformation équivalente ε_{vm} pour différents angles de désorientation, (c) de $\Delta\theta$ quand $\varepsilon_{vm} = 5 \times 10^{-3}$ en incluant les cas extrêmes (rotation sur un seul axe), (d) de ε_{vm} quand $\Delta\theta = 0^\circ$ incluant les cas extrêmes (déformations sur une seule composante).

Les cas ignorés précédemment sont désormais pris en compte ([Figure IV.3c,d](#)). Dans un souci d'illustration, seul le cas intermédiaire $\varepsilon_{vm} = 5 \times 10^{-3}$ est considéré dans la [Figure IV.3c](#) tandis que seul le cas $\Delta\theta = 0^\circ$ est retenu pour la [Figure IV.3d](#), de sorte que l'erreur soit imputable aux seules déformations élastiques. Les courbes de

couleurs correspondent aux cas extrêmes, lesquelles encadrent l'erreur observée précédemment (courbes noires).

Concernant les cas où $\Delta\theta$ varie (Figure IV.3c), l'erreur est plus élevée lorsque seule la composante de rotation w_2 est non nulle (courbe bleue). Cela s'explique par la position du PC , à savoir 200 pixels au-dessus du centre géométrique du cliché et 25 pixels vers la droite, soit 33% et 4% de la demi-largeur du cliché. La rotation w_2 est estimée à partir de la translation verticale du cliché dont les moitiés supérieure et inférieure sont différemment affectées par la projection gnomonique. La partie inférieure se trouvant plus loin du PC , elle est davantage distordue. L'erreur reste stable dans le cas d'une rotation w_1 (courbe verte) où les moitiés gauche et droite du cliché sont affectées de manière similaire par la projection gnomonique. Cela suggère que la dissymétrie des effets de la projection gnomonique à l'échelle du cliché perturbe davantage l'estimation des rotations par corrélation croisée globale que la désorientation elle-même. En ce qui concerne la TKD, il est à noter que la méthode de pré-recalage proposée sera appliquée expérimentalement à la TKD on-axis pour laquelle les effets de dissymétrie dus à la projection gnomonique n'existent quasiment pas contrairement à la TKD off-axis, qui n'est pas utilisée dans cette thèse.

Concernant les cas où ε_{vm} varie (Figure IV.3d), la position du PC justifie également l'erreur très faible lorsque seule la composante ε_{11} est non nulle (vert clair) et celle plus élevée concernant ε_{22} (vert foncé). Dans le premier cas, la résultante du champ de déplacement associé à la déformation élastique sur l'ensemble de la région d'intérêt est quasiment nulle. Dans le second cas, une translation verticale est détectée et interprétée à tort comme une rotation w_1 . De même, les effets des composantes ε_{13} et ε_{23} se manifestent par une translation globale du cliché (Figure I.8c,f) d'où l'erreur angulaire plus élevée (courbe orange et en points jaunes). Ces observations traduisent la tendance de l'approche par corrélation croisée globale à mesurer des déplacements entre les images dans le but de les pré-recaler, plutôt qu'à mesurer précisément les rotations du cristal.

IV.2.4.2. Vitesse de convergence de l'algorithme IC-GN

Le nombre d'itérations dans le cas d'une initialisation partielle ou complète de l'homographie est représenté sur la Figure IV.4a,b, associée à la Figure IV.3a,b. Dans le cas d'une initialisation complète, le nombre d'itérations est indiqué par des courbes de couleur associées aux différents états de déformation (Figure IV.4a) ou angles de désorientation étudiés (Figure IV.4b). Les écarts entre les courbes sont corrélés à ceux observés précédemment sur la désorientation de l'estimation initiale par rapport à la

solution (Figure IV.3a,b). En comparaison, le nombre d'itérations suite à une initialisation partielle est représenté par une zone rouge délimitée par le nombre minimum et maximum d'itérations observés pour l'ensemble des cas.

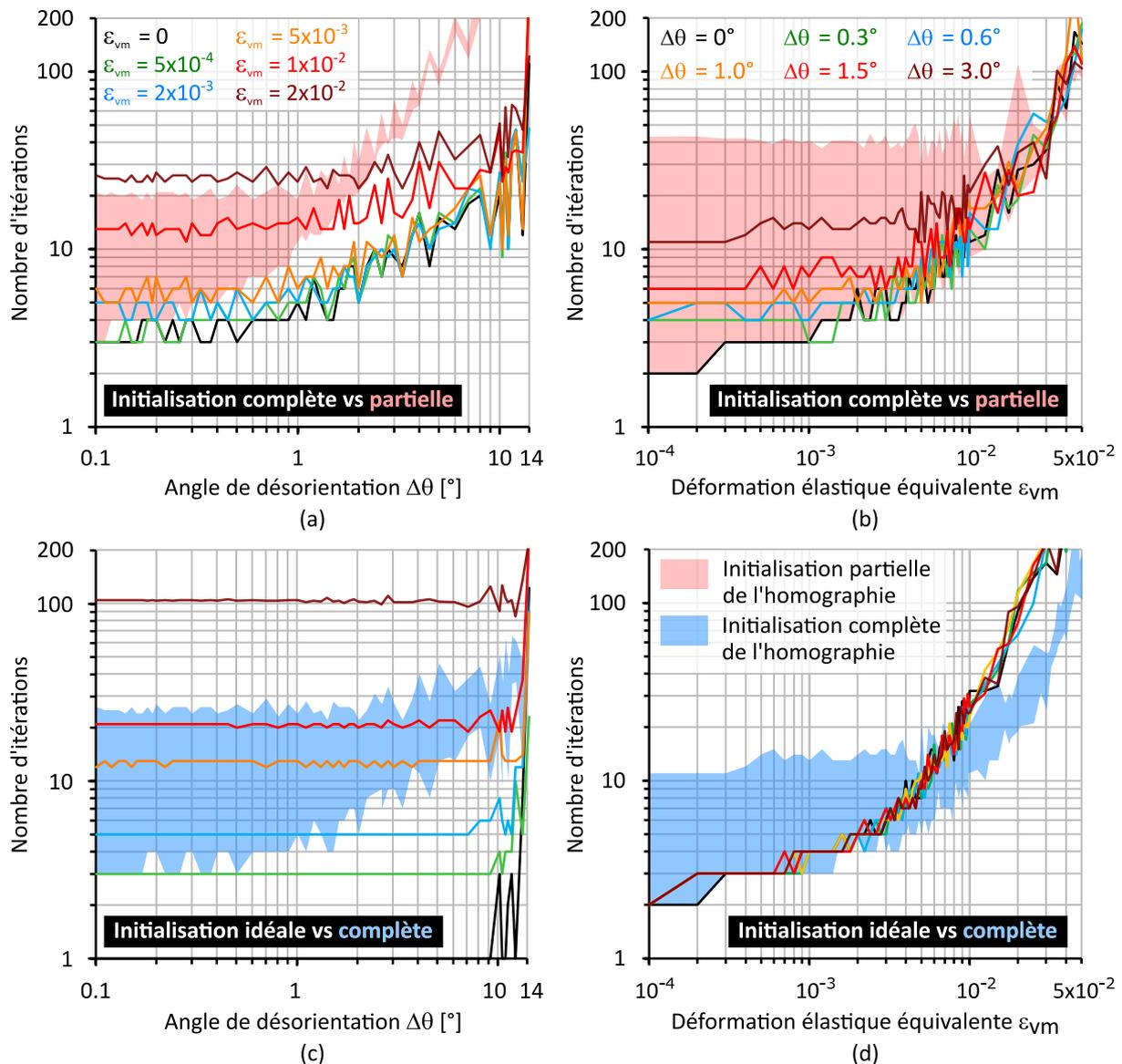


Figure IV.4. (a, b) Nombre d'itérations après une initialisation partielle (zones rouges) ou complète (courbes de couleur) de l'homographie en fonction (a) de l'angle de désorientation ou (b) de la déformation élastique équivalente. (c, d) Nombre d'itérations lorsque les rotations sont à priori connues de manière exacte (courbes de couleur) et comparaison à l'initialisation complète de l'homographie (zones bleues) en fonction (c) de l'angle de désorientation ou (d) de la déformation élastique équivalente.

Une initialisation partielle conduit à une augmentation beaucoup plus rapide du nombre d'itérations dès que la désorientation devient supérieure à 2° (Figure IV.4a). Cette augmentation est directement liée aux valeurs plus élevées des résidus initiaux, illustrés au chapitre précédent sur la Figure III.10c'. L'hypothèse d'une transformation

rigide de la RdI cible devient trop grossière au-delà de 7-8° de désorientation, l'algorithme IC-GN commençant à diverger (sauf dans le cas d'une rotation w_3). Une initialisation complète de l'homographie assure à l'inverse une convergence de l'algorithme IC-GN en moins de 30 itérations dans la plupart des cas. Entre 3 à 11 itérations sont typiquement nécessaires pour les niveaux de désorientation et de déformation élastique les plus usuels, à savoir $\Delta\theta \in [0 ; 3^\circ]$ et $\varepsilon_{vm} \leq 5 \times 10^{-3}$.

Afin de mieux juger des performances de la méthode, les rotations exactes sont utilisées pour déformer la RdI cible au début de l'algorithme IC-GN. Le nombre d'itérations dans le cas de cette estimation « idéale » de la solution est représenté par les courbes de couleur sur la [Figure IV.4c,d](#) tandis que les zones bleues reportent le nombre d'itérations minimal et maximal suite à une initialisation complète de l'homographie.

Comme discuté précédemment, la méthode par corrélation croisée globale détecte les déplacements globaux provoqués par la présence de déformations élastiques. Les clichés présentant d'une déformation élastique équivalente supérieure à $\sim 1\%$ sont ainsi mieux pré-recalées que dans le cas de l'estimation « idéale » de la solution. La valeur absolue des résidus initiaux moyennée sur l'ensemble de la région d'intérêt (non représentée ici) est par exemple $\sim 30\%$ plus faible dans les cas où $\Delta\theta \leq 1^\circ$

Aux faibles déformations élastiques, $\varepsilon_{vm} \leq 2 \times 10^{-3}$, les deux méthodes conduisent à un nombre d'itérations très similaire tant que la désorientation est inférieure au degré, après quoi une initialisation « idéale » conduit sans surprise à une efficacité numérique supérieure de l'algorithme IC-GN. Sachant que des estimations initiales désorientées de 0,1° ou de 0,5° par rapport à la solution (non présentées ici) conduisent respectivement à 6-8 et 20-50 itérations à ces niveaux de déformation, les performances de la méthode de pré-recalage proposée demeurent intéressantes (courbes noire, verte et bleue sur la [Figure IV.4a](#)).

IV.2.5. Variabilité des résultats

IV.2.5.1. Critère de convergence

Plus de 200 itérations sont parfois requises pour les désorientations supérieures à 13° ([Figure IV.4](#)). L'erreur sur l'estimation initiale n'est cependant pas la cause principale, une convergence lente se produisant également lorsque l'estimation est « idéale ». Ce phénomène est probablement lié au bruit introduit pour les positions de la RdI cible n'appartenant pas au cliché. Comme discuté au chapitre précédent

(§III.5.1), la convergence doit faire l'objet d'une étude spécifique. Les problèmes de convergence lente sont ignorés à ce stade du développement, surtout que l'algorithme IC-GN converge malgré tout vers la solution attendue, comme en témoigne la [Figure IV.2](#).

La pertinence des valeurs du critère de convergence C_{conv} est néanmoins vérifiée. En réutilisant le même jeu de données que précédemment (pas de distorsion optique et PC fixe), l'algorithme IC-GN est initialisé à partir de l'estimation « idéale » de la solution et trois valeurs du critère de convergence C_{conv} sont testées :

- 0,1 pixel (critère probablement trop laxiste).
- 0,01 pixel (minium recommandé par Pan et al. [111]).
- 0,001 pixel (choisi en accord avec la littérature, voir [§III.5.1](#)).

Le nombre d'itérations et l'erreur maximale sont représentés sur la [Figure IV.5](#). Dans un souci d'illustration, le nombre d'itérations est représenté en fonction de l'angle de désorientation uniquement dans le cas où $\varepsilon_{vm} = 2 \times 10^{-2}$ sur la [Figure IV.5a](#). Les tendances illustrées sont cependant représentatives de l'ensemble des cas testés. Sur la [Figure IV.5b](#), le nombre d'itérations en fonction de la déformation élastique équivalente correspond à la moyenne des six angles de désorientation étudiés puisque ces derniers donnent des résultats très proches comme en témoignent les courbes de couleur sur la [Figure IV.4d](#).

Un critère de convergence C_{conv} de 0,1 pixel provoque une convergence souvent prématurée de l'algorithme IC-GN (courbes en pointillés rouge, [Figure IV.5a,b](#)). Ce phénomène s'accompagne d'une erreur maximale très supérieure à 1×10^{-4} ([Figure IV.5c,d](#)). L'erreur est en revanche typiquement inférieure à 1×10^{-6} pour un critère de convergence de 0,01 pixel ou 0,001 pixel, avec un maximum de $\sim 1 \times 10^{-5}$ pour les désorientations supérieures à 10° . Ces deux valeurs du critère de convergence conduisent à des résultats quasi identiques, c'est pourquoi ils sont représentés par une seule et même courbe verte.

Le choix d'un critère de convergence de 0,001 pixel (utilisé jusqu'à présent) semble pertinent. Plus généralement, ces résultats sont conformes aux recommandations de Pan et al. [111], lesquelles apparaissent transférables aux grandes régions d'intérêt utilisées ici.

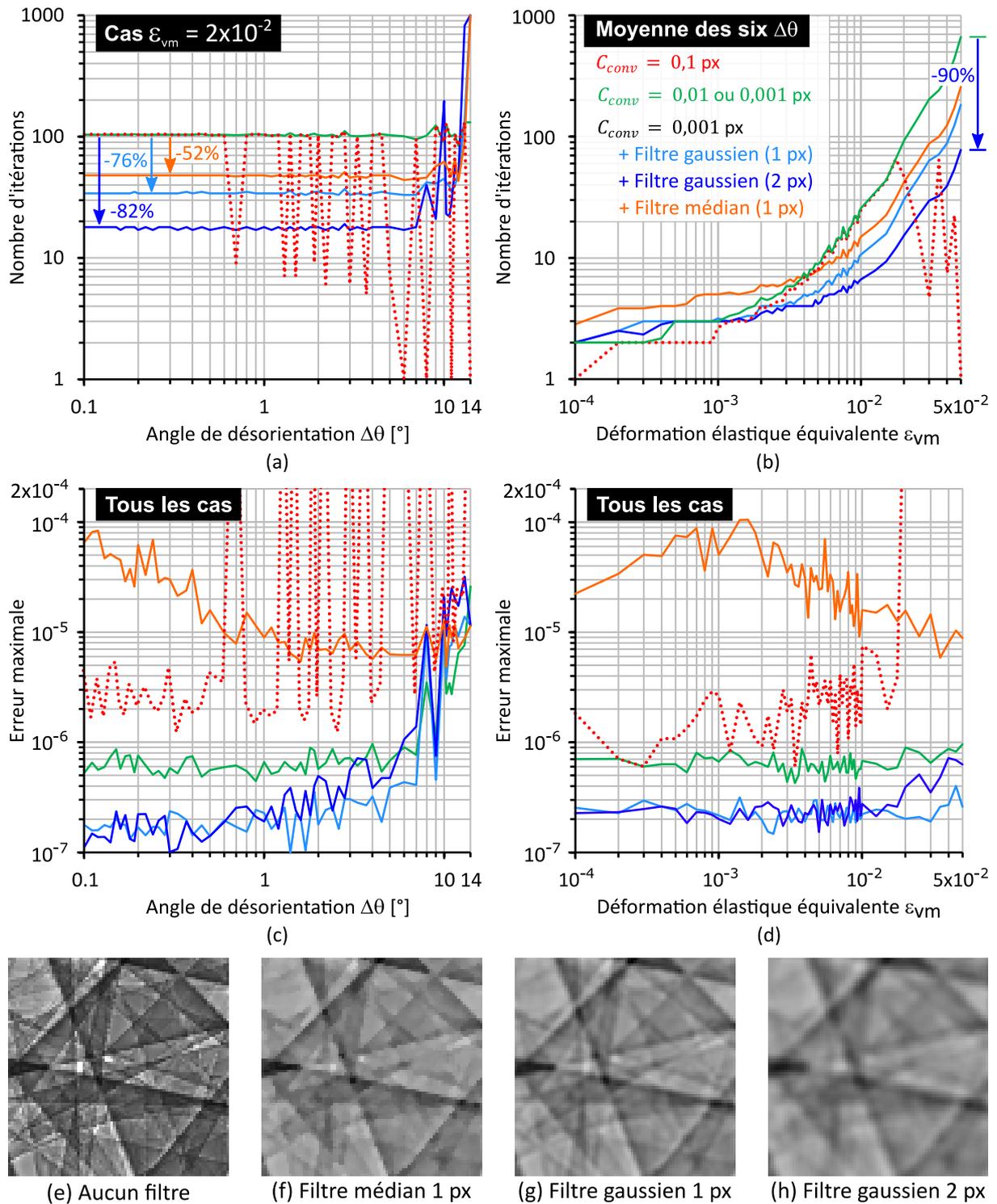


Figure IV.5. Résultats obtenus avec une initialisation « idéale » de l’homographie pour différentes valeurs du critère de convergence C_{conv} ou en appliquant un filtre spatial aux clichés dans le cas où $C_{conv} = 0,001$ pixel. (a, b) Nombre d’itérations et (c, d) erreur maximale en fonction (a, c) de l’angle de désorientation et (b, d) de la déformation élastique équivalente. Détail de 80×80 pixels d’un cliché (e) en l’absence de filtrage, (f) après un filtre médian de rayon 1 pixel, (g) après un filtre gaussien de rayon 1 pixel, (h) après un filtre gaussien de rayon 2 pixels.

IV.2.5.2. Effet d'un filtre médian ou gaussien

En vue d'une application de la méthode à des clichés expérimentaux, l'influence d'un filtre médian ou gaussien sur la précision et la vitesse de convergence est étudiée en considérant un critère de convergence de 0,001 pixel.

Un filtre médian basé sur les 4 plus proches voisins est appliqué aux clichés. Son effet est illustré à partir d'un détail de 80×80 pixels sur la [Figure IV.5f](#), lequel est à comparer au détail original de la [Figure IV.5e](#). En prenant le cas non filtré comme référence (courbes vertes sur la [Figure IV.5](#)), l'application d'un filtre médian (courbe orange) réduit le nombre d'itérations de l'ordre de 50% aux grandes déformations élastiques ([Figure IV.5a](#)) mais l'augmente de 1 à 2 itérations aux petites déformations élastiques ([Figure IV.5b](#)). Le principal défaut de ce filtre concerne l'erreur qui est d'un ordre de grandeur supérieure tout en restant inférieure à $\sim 1 \times 10^{-4}$ ([Figure IV.5c,d](#)).

A l'inverse, l'utilisation de filtres gaussiens ayant un rayon d'un pixel (courbes bleu clair, détail [Figure IV.5f](#)) ou de deux pixels (courbes bleu foncé, détail [Figure IV.5h](#)) s'accompagne globalement d'une réduction de l'erreur maximale ([Figure IV.5c,d](#)). L'augmentation de l'erreur maximale aux grandes désorientations est cependant toujours présente. Comparé au cas non filtré, un filtre gaussien ayant un rayon de deux pixels permet de passer de ~ 700 à ~ 70 itérations lorsqu'une déformation élastique de 5% est présente, soit une baisse de 90% ([Figure IV.5d](#)).

Si ces observations relativisent les cas de convergence lente, elles soulignent la nécessité d'étudier plus en détail la définition de la convergence et d'identifier les facteurs impactant l'efficacité numérique de l'algorithme IC-GN (outre la précision de l'estimation initiale), comme discuté au chapitre précédant ([§III.5.1](#)).

IV.3. Nécessité d'une correction des distorsions optiques

L'erreur commise si une distorsion optique du premier ordre est négligée est d'abord quantifiée, ainsi que l'influence de la position du *PC* sur cette erreur. La nécessité d'une correction des distorsions optiques, y compris aux petits angles de désorientation, est alors démontrée. Enfin, la précision requise sur les paramètres de correction afin de garantir l'efficacité de cette dernière est évaluée.

IV.3.1. Erreur en l'absence de correction

Les dix jeux de données générés avec différentes valeurs de K_1 dans le cadre de la validation numérique de la méthode (§IV.2.2) sont ré-analysés sans correction. L'erreur maximale avec et sans correction est comparée dans le cas typique où $K_1 = -3 \times 10^{-8}$ sur la Figure IV.6. La correction permet de maintenir l'erreur sous $\sim 2 \times 10^{-5}$ sans quoi elle dépasse $\sim 1 \times 10^{-4}$. Autrement dit, la non-prise en compte des distorsions optiques typiques d'une caméra EBSD induit des erreurs supérieures à la précision usuellement associée à la technique HR-EBSD dans des conditions expérimentales adaptées.

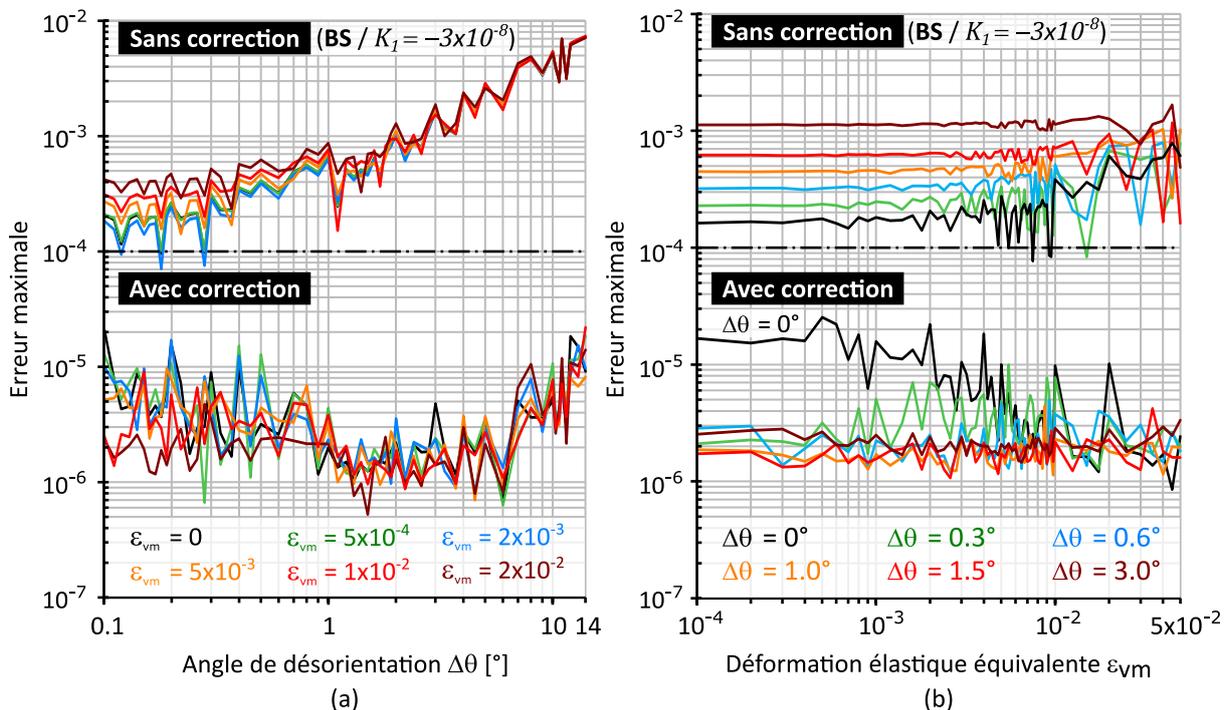


Figure IV.6. Comparaison de l'erreur maximale obtenue avec et sans correction dans le cas $K_1 = -3 \times 10^{-8}$. (a) Erreur en fonction de l'angle de désorientation. (b) Erreur en fonction de la déformation élastique équivalente.

Lorsque la distorsion radiale est négligée, l'erreur commise augmente rapidement avec l'angle de désorientation sur la [Figure IV.6a](#), ce qui est également visible pour des déformations élastiques inférieures à $\sim 5 \times 10^{-3}$ sur la [Figure IV.6b](#). À l'inverse, l'erreur semble peu affectée par le niveau de déformation élastique. Pour une désorientation donnée, l'erreur reste en effet relativement constante sur la [Figure IV.6b](#). De même, aucune tendance claire n'est observée entre les six états de déformation étudiés sur la [Figure IV.6a](#).

L'absence de correction s'accompagne d'oscillations de l'erreur. Elles peuvent s'expliquer par le fait que l'homographie n'est pas capable de décrire fidèlement le champ de déplacement entre les images distordues. L'algorithme IC-GN converge alors vers un optimum local du critère de similarité. Les déplacements étant principalement imposés par les rotations, ces oscillations sont particulièrement visibles sur la [Figure IV.6a](#), notamment aux grandes désorientations. Concernant la [Figure IV.6b](#), les oscillations deviennent notables à partir du moment où les déplacements liés aux déformations élastiques deviennent comparables à ceux imposés par les rotations. Par exemple, la courbe noire ($\Delta\theta = 0^\circ$) oscille nettement à partir de $\varepsilon_{vm} \geq \sim 5 \times 10^{-3}$, ce qui en radians correspond à environ 0.3° .

Les tendances observées pour $K_1 = -3 \times 10^{-8}$ sur la [Figure IV.6](#) sont transférables aux neuf autres jeux de données. Comme l'erreur dépend peu de la déformation élastique, seule l'erreur en fonction de l'angle de désorientation ([Figure IV.6a](#)) est considérée. La régression linéaire de l'erreur moyenne des six états de déformation étudiés pour chaque valeur de K_1 est tracée sur la [Figure IV.7a](#).

Pour chaque valeur de K_1 , le coefficient de détermination R^2 est compris entre 0,954 et 0,958. Un polynôme du second degré, une loi exponentielle ou une loi puissance ne permettent pas d'augmenter sa valeur. Plus les clichés sont distordus, plus l'erreur commise en négligeant la distorsion optique augmente avec l'angle de désorientation. La pente α et l'ordonnée à l'origine β de la régression linéaire de l'erreur sont en effet proportionnels à la valeur absolue du coefficient de distorsion K_1 ($R^2 > 0,999$). Par conséquent, négliger une distorsion radiale en barillet ($K_1 < 0$) ou en moustache ($K_1 > 0$) de même amplitude conduit au même niveau d'erreur, comme le montrent les droites en pointillés rouges sur la [Figure IV.7a](#). Pour des distorsions typiques des caméras EBSD [76], c'est-à-dire de l'ordre de -2×10^{-8} à -4×10^{-8} , l'erreur maximale est de l'ordre de 1 à 5×10^{-3} . Elle peut atteindre plus de 10^{-2} si des distorsions plus importantes sont négligées.

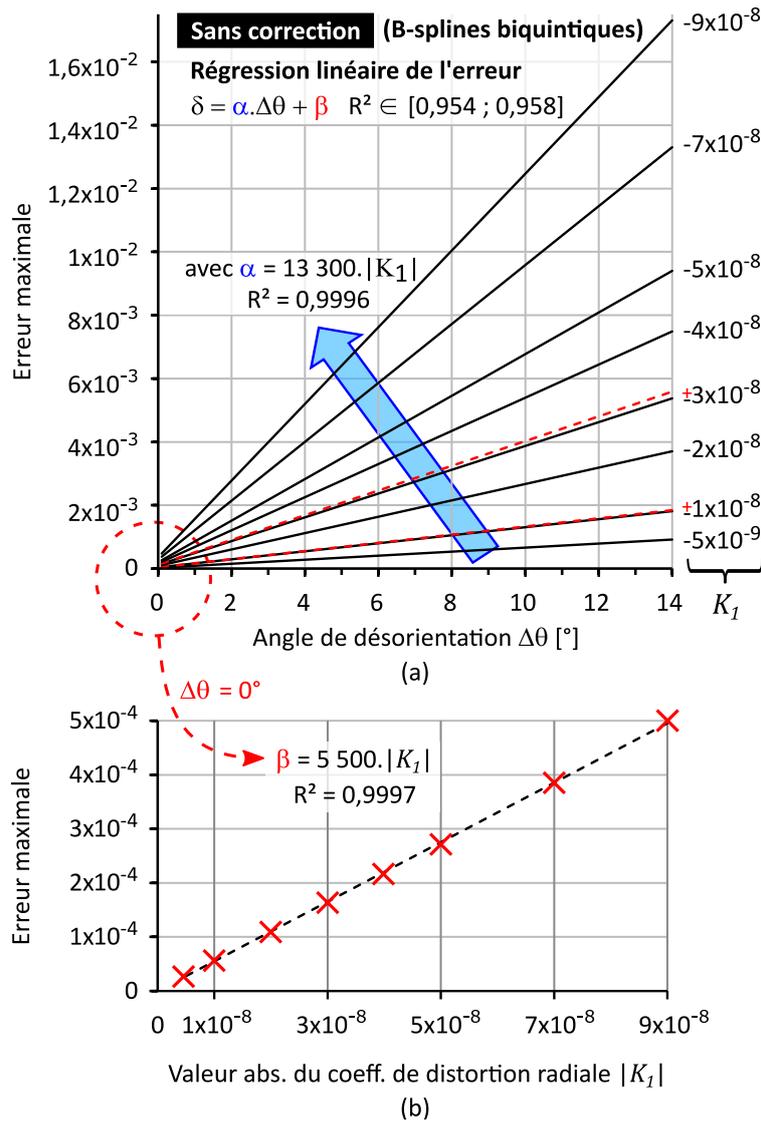


Figure IV.7. (a) Régression linéaire de l'erreur commise en négligeant les distorsions optiques, pour différentes valeurs du coefficient de distorsion K_1 , en fonction de l'angle de désorientation. (b) Régression linéaire de l'ordonnée à l'origine de l'erreur (c'est-à-dire l'erreur pour $\Delta\theta = 0^\circ$) en fonction de la valeur absolue du coefficient de distorsion K_1 .

IV.3.2. Influence de la position du PC et du centre optique

L'influence de la position du *PC* et du centre optique sur l'erreur commise en négligeant les distorsions optiques est étudiée à travers six jeux de données désignés par les lettres A à F sur la [Figure IV.8](#). Ils sont générés en appliquant une distorsion radiale de coefficient $K_1 = -3 \times 10^{-8}$ et en considérant une géométrie de projection fixe ($\delta PC = 0$). La position du *PC* est choisie de manière à correspondre à une position typique de la configuration EBSD (cas A, B, C), de la configuration TKD off-axis (cas D) ou de la configuration TKD on-axis (cas E et F). Les coordonnées absolues du centre

optique et du *PC* sont précisées dans le tableau sur la Figure IV.8b. Pour rappel, la taille des clichés vaut 1200×1200 pixels.

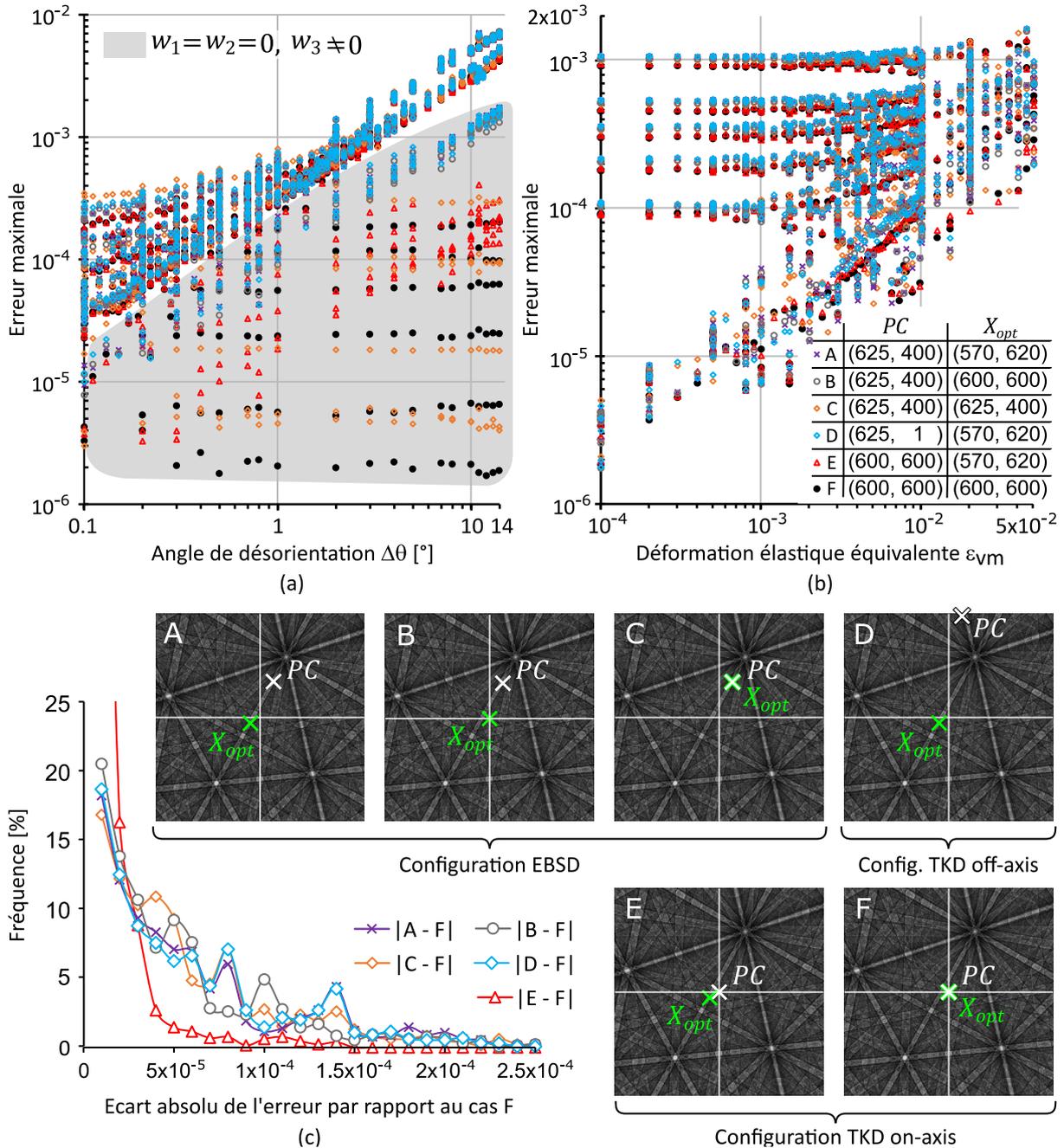


Figure IV.8. Erreur maximale en l'absence de correction pour plusieurs configurations se différenciant par la position du *PC* et du centre optique (coordonnées absolues dans le tableau). (a) Erreur maximale obtenue pour les 708 cas (a) où l'angle de désorientation varie et (b) où la déformation élastique équivalente varie. (c) Distribution des écarts (en valeur absolue) entre les erreurs maximales obtenues pour un jeu de données et celles du cas F.

L'erreur semble peu dépendante de la position du *PC*, comme le montre la [Figure IV.8a,b](#). L'erreur de chaque configuration est comparée à celle de la configuration F (*PC* et centre optique confondus avec le centre de l'image) et les distributions des écarts sont tracées sur la [Figure IV.8c](#). En valeur absolue, les écarts sont essentiellement inférieurs à $1,5 \times 10^{-4}$. Les principales différences observées concernent les cas où les rotations w_1 et w_2 sont simultanément nulles. Ces cas correspondent à la région grisée sur la [Figure IV.8a](#). Ils sont particuliers dans la mesure où une rotation pure w_3 est parfaitement mesurable sans correction si le *PC* coïncide avec le centre optique. Des erreurs inférieures à 1×10^{-5} sont ainsi observées pour les configurations C et F (losanges oranges et disques noirs, respectivement). Pour les autres cas contenus dans la zone grise, l'erreur est due à la présence de déformation élastique et à la distance entre le *PC* et le centre optique. Le cas D, qui correspond à la configuration TKD off-axis (losanges bleus), délimite donc le bord supérieur de la région grise. Mis à part ces cas spécifiques, la position du *PC* et sa distance par rapport au centre optique ont un effet secondaire sur l'erreur commise en négligeant la distorsion radiale du premier ordre. Les erreurs présentées sur la [Figure IV.7a](#) sont donc généralisables.

IV.3.3. Nécessité d'une correction

D'après Britton et al. [56], l'effet d'une distorsion optique radiale du premier ordre sur la précision est marginal aux faibles rotations ($< 2,5^\circ$) si le cliché de référence et les clichés cibles sont distordus de la même manière. Les résultats précédents indiquent cependant le contraire. La [Figure IV.6](#) montre non seulement qu'une précision de $\sim 1 \times 10^{-4}$ ne peut pas être garantie, mais que l'erreur atteint même $\sim 8 \times 10^{-4}$ pour un angle de désorientation d'à peine 1° lorsqu'une distorsion radiale de coefficient $K_1 = -3 \times 10^{-8}$ est négligée. Cette dernière est pourtant relativement faible comparée à la distorsion de $K_1 = -10^{-7}$ appliquée par Britton et al. [56].

Comme détaillé au [Chapitre I \(§I.2.4.2\)](#), les auteurs basent leur conclusion sur le fait qu'ils observent une erreur d'au plus $6,1 \times 10^{-4}$ sur l'une des composantes de déformation élastique, ce qui ne représente d'après eux que $\sim 1,5\%$ de la valeur appliquée. Cette affirmation est pour le moins insidieuse car elle ne correspond pas à la définition usuelle de l'erreur relative. Les auteurs rapportent en effet l'erreur observée sur l'une des composantes de déformation élastique à la rotation w_3 appliquée, à savoir $2,5^\circ$ soit $4,4 \times 10^{-2}$ radians. C'est la seule composante non nulle dans leur étude. Les déformations élastiques étant nulles, leur erreur relative est indéfinie (ou infinie). Les auteurs évoquant un bruit de mesure de 1×10^{-4} , obtenir $6,1 \times 10^{-4}$ au lieu de zéro revient à une erreur relative de 500 à 600%. En outre, le cas

d'une pure rotation w_3 (même si elle est appliquée dans le repère de l'échantillon) semble de nature à sous-estimer l'erreur induite par la distorsion radiale comme le souligne la zone grise sur la [Figure IV.8a](#).

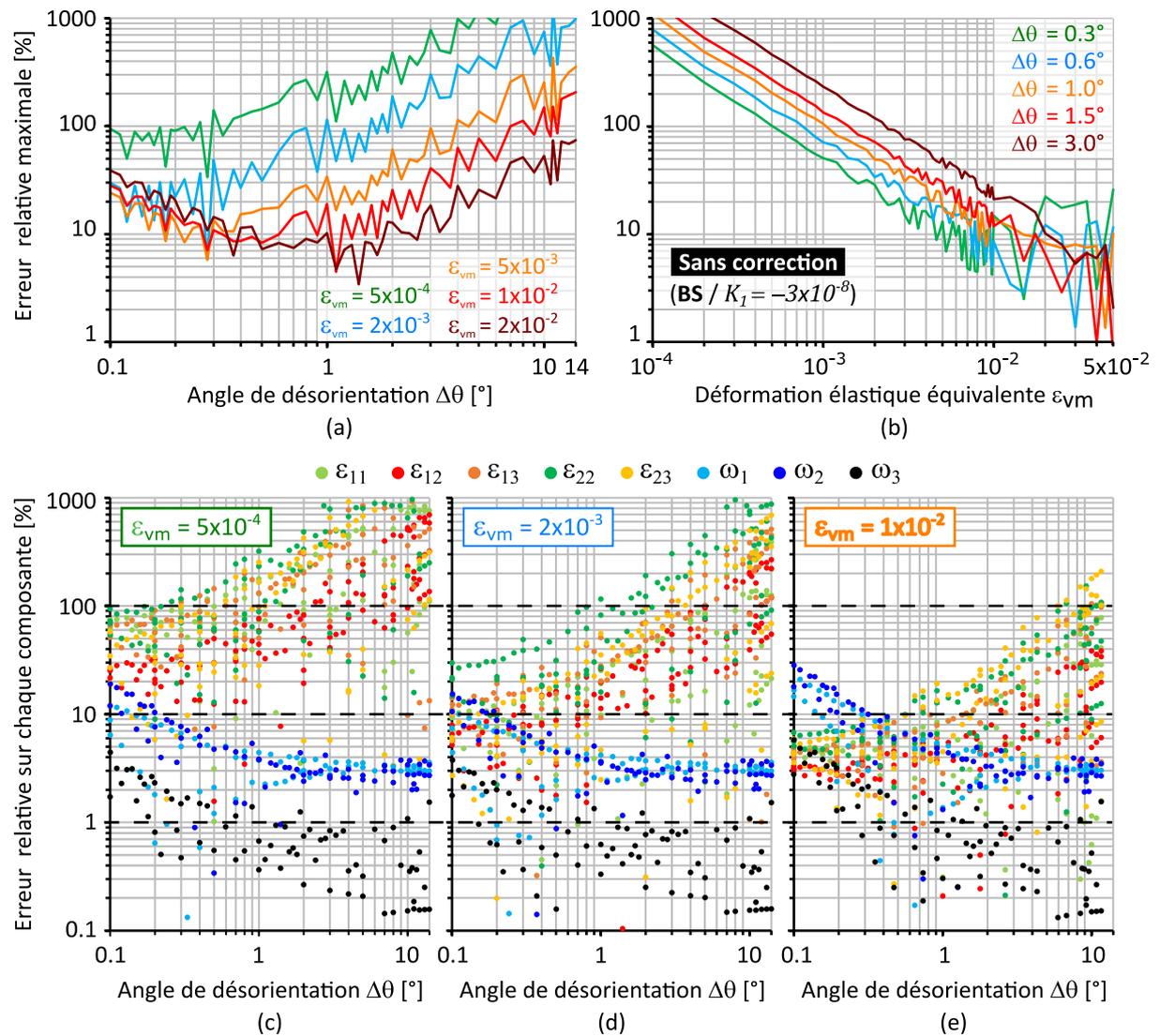


Figure IV.9. Erreur maximale relative en fonction (a) de l'angle de désorientation et (b) de la déformation élastique équivalente lorsqu'une distorsion radiale de coefficient $K_1 = -3 \times 10^{-8}$ est négligée. Erreur relative sur chaque composante de déformation élastique ou de rotation en fonction de l'angle de désorientation lorsque la déformation élastique équivalente vaut (c) 5×10^{-4} , (d) 2×10^{-3} , (e) 1×10^{-2} .

Reprenant les résultats de la [Figure IV.6](#) obtenus sans correction ($K_1 = -3 \times 10^{-8}$), l'erreur relative maximale est tracée sur la [Figure IV.9a,b](#). A noter que les cas $\Delta\theta = 0^\circ$ et $\epsilon_{vm} = 0$ ne sont pas reportés car l'erreur relative repose sur un nombre réduit de composantes, biaisant la comparaison avec les autres courbes. L'erreur relative maximale est typiquement de plusieurs dizaines de pourcents. Elle augmente avec l'angle de désorientation et diminue avec la déformation élastique équivalente. Pour

des déformations élastiques de l'ordre de 10^{-4} , l'erreur relative dépasse 100% et atteint même 1000% selon l'angle de désorientation (Figure IV.9b), ce qui est cohérent avec la valeur de 500-600% déduite de Britton et al. [56]. Une correction des distorsions optiques apparaît donc systématiquement nécessaire pour toute mesure précise des rotations et des déformations élastiques.

L'erreur relative sur chacune des composantes de déformation élastique ou de rotation (non nulle en entrée) est tracée dans le cas d'une déformation élastique équivalente de $\sim 5 \times 10^{-4}$ (Figure IV.9c), $\sim 2 \times 10^{-3}$ (Figure IV.9d) et $\sim 1 \times 10^{-2}$ (Figure IV.9e). Dans l'ensemble, les composantes de déformation élastique sont davantage affectées par la distorsion optique que ne le sont les composantes de rotation. Ce constat s'inverse dès lors que les déplacements générés par les déformations élastiques deviennent prépondérants. La Figure IV.9e montre en effet que dans le cas d'une déformation élastique équivalente de 1%, l'erreur relative maximale aux faibles désorientations est imposée par l'erreur relative sur les composantes de rotation (points bleus) et non plus par l'erreur relative sur les composantes de déformation élastique. Ceci explique l'augmentation de l'erreur relative maximale observées sur la Figure IV.9a pour les cas où $\varepsilon_{vm} \geq 5 \times 10^{-3}$ (courbes orange, rouge et marron) lorsque la désorientation est inférieure à $\sim 0,3^\circ$ ($\sim 5 \times 10^{-3}$ radians).

IV.3.4. Précision requise sur les paramètres du modèle de distorsion

La correction doit réduire suffisamment les effets de la distorsion radiale afin qu'ils ne limitent pas la précision de l'analyse. Par la suite, la correction est jugée efficace si l'erreur maximale ne dépasse pas 1×10^{-4} . La mesure précise des déformations élastiques étant expérimentalement limitée aux métaux faiblement plastifiés ou aux semi-conducteurs déformés de manière purement élastique, l'étude se focalise ici sur les désorientations angulaires inférieures à 3° . La précision requise sur la position du centre optique et sur la valeur du coefficient de distorsion K_1 est évaluée.

Seul le cas A de la Figure IV.8 est considéré (PC dans le tiers supérieur de l'image et centre optique excentré) puisque l'erreur maximale est peu influencée par la position du PC . Des calculs ont été réalisés en utilisant des valeurs erronées pour les coordonnées absolues du centre optique ($\mathbf{X}_{opt} = [570 \quad 620]^T$) et/ou du coefficient de distorsion $K_1 = -3 \times 10^{-8}$. Seuls les résultats les plus pertinents sont présentés sur la Figure IV.10. D'après les résultats issus de la validation numérique (Figure IV.2c,d), les erreurs supérieures à $\sim 2 \times 10^{-5}$ sont imputables à la distorsion optique.

IV.3. Nécessité d'une correction des distorsions optiques

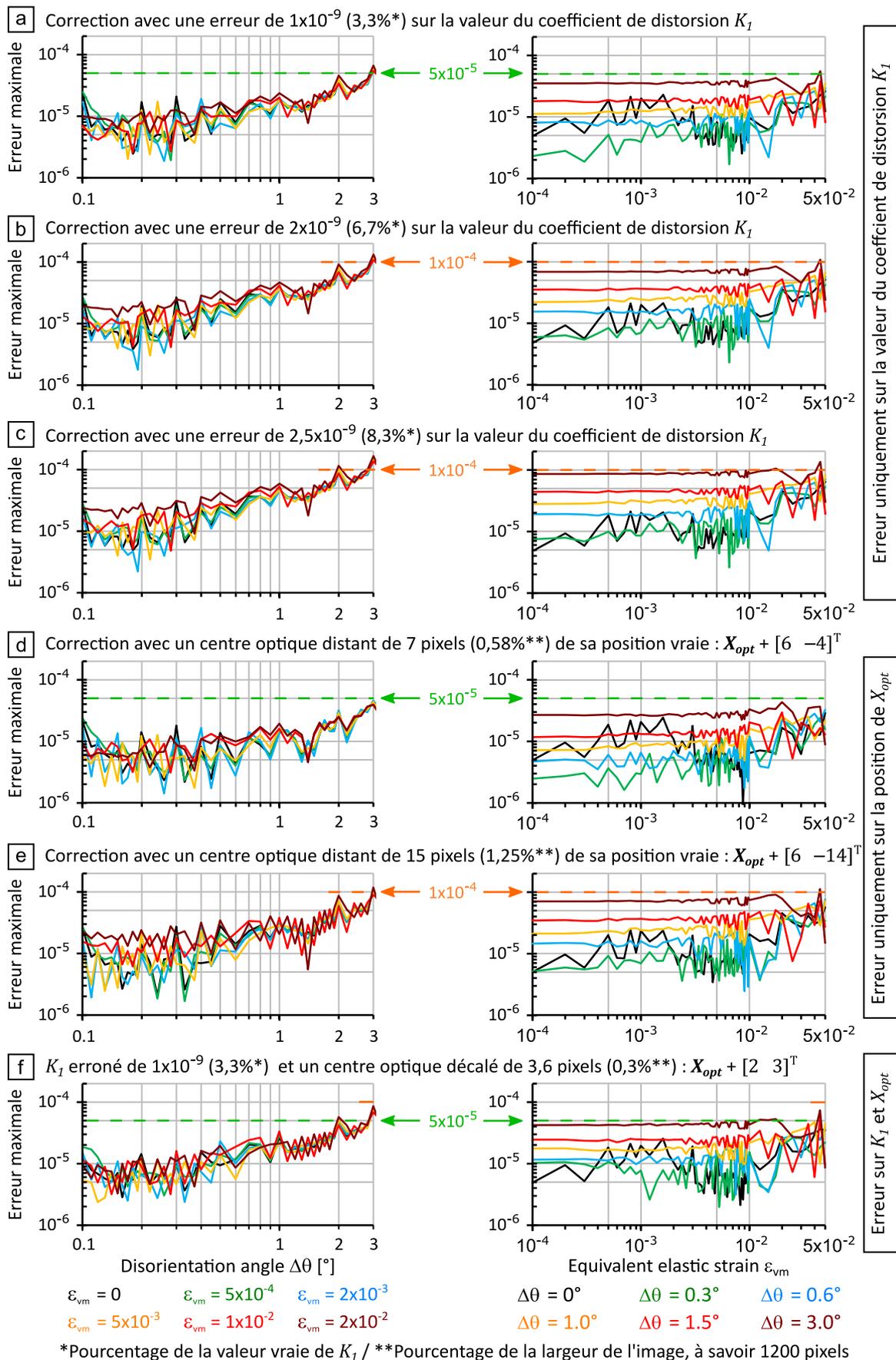


Figure IV.10. Erreur maximale lorsque la correction de la distorsion radiale du premier ordre est appliquée avec des paramètres erronés.

Dans le cas où le centre optique est correct, une précision de $\pm 1 \times 10^{-9}$ sur K_1 est suffisante, l'erreur maximale restant inférieure à $\sim 5 \times 10^{-5}$ jusqu'à 3° de désorientation (Figure IV.10a) et atteignant $\sim 1 \times 10^{-4}$ pour une désorientation d'environ $6,5^\circ$ (non représentée). Ce niveau d'erreur est cependant observé dès 3° de désorientation pour une incertitude comprise entre $\pm 2 \times 10^{-9}$ (Figure IV.10b) et $\pm 2,5 \times 10^{-9}$ (Figure IV.10c). Dans le cas où le coefficient K_1 est correct, l'erreur reste inférieure à $\sim 5 \times 10^{-5}$ tant que le centre optique considéré n'est pas éloigné de plus de ~ 7 pixels de sa véritable position (Figure IV.10d). Une erreur de $\sim 1 \times 10^{-4}$ est atteinte pour 3° de désorientation si cette distance est de ~ 15 pixels (Figure IV.10e). Dans le cas où le centre optique et le coefficient de distorsion sont simultanément erronés, une incertitude de 1 à 3 pixels sur la position vraie du centre optique et une incertitude de $\pm 1 \times 10^{-9}$ au coefficient K_1 sont acceptables. Comme le montre l'exemple de la Figure IV.10f, l'erreur maximale ne dépasse pas 1×10^{-4} et reste essentiellement sous $\sim 5 \times 10^{-5}$.

En plus des résultats précédents, il est ressorti des tests qu'une erreur de δK_1 sur la valeur du coefficient K_1 induit la même erreur que si une distorsion radiale de coefficient δK_1 était négligée. La précision de $\pm 1 \times 10^{-9}$ requise ici pour $K_1 = -3 \times 10^{-8}$ s'applique donc à d'autres valeurs de ce coefficient.

IV.4. Discussion

Ce chapitre confirme numériquement qu'une homographie linéaire décrit le champ de déplacement recherché sur le scintillateur dans le cadre de la technique HR-EBSD. Le principe de fonctionnement de la correction des distorsions optiques est également validé. Si son utilisation s'accompagne ici d'une augmentation de l'erreur par rapport à celle commise sur un cliché non distordu (Figure IV.2), cette dernière devrait être imperceptible en pratique. D'une part, le modèle de distorsion inverse n'est pas nécessaire. D'autre part, les erreurs obtenues dans le cas des clichés non distordus sont ici particulièrement faibles du fait de l'attention apportée à la réduction du biais d'interpolation.

Ces erreurs n'ont d'ailleurs pas vocation à être comparées à celles d'autres études, d'autant plus que les clichés ne sont pas simulés individuellement. Comme détaillé dans la section IV.1.3, certains effets de la distorsion n'ont pas été reproduits. Ils ne constituent cependant pas un obstacle à la validation numérique de la méthode. Les résultats en présence de déformations élastiques équivalentes de 2 à 5% sont à nuancer, même si l'approche s'appuie sur les observations de Vermeij et Hoefnagels [92]. Ici, le but est avant tout de pouvoir observer l'influence de la distorsion optique en s'affranchissant au maximum des autres sources d'erreur potentielles. Un grand nombre de cas a ainsi pu être testé. C'est un point important qui est parfois négligé dans la littérature. Si Ruggles et al. [91] ont validé leur méthode HR-EBSD qui emploie également un algorithme IC-GN à partir de clichés simulés dynamiquement, ils n'ont testé qu'un seul état de déformation, n'incluant en particulier aucun cisaillement de la maille. Plus généralement, la communauté HR-EBSD gagnerait à se doter d'une banque commune de clichés simulés ou expérimentaux, à l'image de Shi et al. [93] qui ont validé expérimentalement leur méthode en réutilisant les clichés acquis par Plancher et al. [66] dans un monocristal d'acier austénitique 316L en flexion 4-points.

L'approche utilisée a permis de visualiser l'impact du biais d'interpolation sur la précision (Figure IV.2). Il apparaît ici au moins aussi important que celui supposé des effets de diffraction absents de cette étude puisqu'une erreur maximale de $\sim 1 \times 10^{-4}$ est observée lorsque les clichés sont générés avec une interpolation bicubique. Ce niveau d'erreur concerne des déformations élastiques avec un ordre grandeur typique des métaux ($\varepsilon_{vm} \leq \sim 2 \times 10^{-3}$) et des rotations de quelques dixièmes de degré ($\Delta\theta \leq 0,3^\circ$), soit la plage usuelle d'utilisation de la technique HR-EBSD. De plus, ce niveau d'erreur rappelle étrangement la précision usuellement attribuée à la technique HR-EBSD. Il est en accord avec l'erreur de 1 à 2×10^{-4} , obtenue à partir de clichés simulés

dynamiquement, par Britton et al. [53] et par Ruggles et al. [91], qui utilisent respectivement une interpolation bicubique pour le *remapping* itératif et des B-splines cubiques pour l'algorithme IC-GN. Toujours à partir de clichés simulés dynamiquement, Maurice et al. [52] et Vermeij et al. [92] obtiennent paradoxalement des erreurs systématiquement inférieures 2×10^{-5} et valant typiquement 5×10^{-6} . Le schéma d'interpolation utilisé n'est cependant pas précisé.

Evoquée pour la première fois par Maurice et al. [75], la question du schéma d'interpolation dans le cadre de la technique HR-EBSD devient de plus en plus inévitable depuis l'introduction du *remapping* et l'avènement des approches globales [62,82,91–93,119]. Ruggles et al. [91] notent que des B-splines biquintiques n'apportent pas un gain de précision en comparaison à des B-splines cubiques dont le coût numérique est plus faible. La question du schéma d'interpolation optimal pour la technique HR-EBSD reste ouverte. Comme mentionné au [Chapitre II](#), l'algorithme IC-GN a été choisi car il bénéficie d'une littérature fournie. Récemment, Su et al. [126] ont proposé une méthode d'élimination des erreurs systématiques dues à l'interpolation. Elle consiste à appliquer des décalages aléatoires sur les positions à interpoler durant l'algorithme FA-GN ou IC-GN.

La méthode de pré-recalage par corrélation croisée remplit son objectif en assurant la convergence de l'algorithme IC-GN vers la solution lorsque l'homographie est initialisée de manière complète. Comme attendu, l'initialisation partielle est limitée aux rotations modérées ($< 7^\circ$) dans le cas d'une géométrie de projection typique de la configuration EBSD ([Figure IV.4a,b](#)). Plus que la précision sur les rotations ([Figure IV.3](#)), l'important est de minimiser les résidus initiaux. De ce point de vue, la propension de la méthode à prendre en compte partiellement les effets de la déformation élastique conduit à une vitesse de convergence raisonnable pour l'ensemble des cas étudiés lorsque l'homographie est initialisée de manière complète. Cette dernière assure une convergence de l'algorithme IC-GN en moins de ~ 10 itérations pour les déformations élastiques et les angles désorientation modérés ($\Delta\theta \leq 3^\circ$ et $\varepsilon_{vm} \leq 5 \times 10^{-3}$) et en moins de ~ 30 itérations pour les autres cas (en faisant abstraction des quelques cas de convergence lente).

La pertinence du critère de convergence, $C_{conv} = 0,001$ pixel, a été vérifiée ([Figure IV.5](#)). Les cas de convergence lente sont à relativiser. L'application de filtres spatiaux, médian ou gaussien, réduit significativement le nombre d'itérations (jusqu'à 90%). Shi et al. [93] font le même constat à partir de clichés expérimentaux. Ils expliquent qu'un filtre gaussien réduit les hautes fréquences liées au bruit, lesquelles

nuisent à la convergence. L'introduction de bruit pour les points situés hors du cliché cible semble donc inappropriée. Cet aspect de la mise en œuvre de l'algorithme n'a pas été optimisée, par manque de temps, et parce qu'il concerne une très faible minorité de cas en pratique. A terme, la robustesse de l'algorithme pourrait être amélioré en introduisant des fonction d'erreur réduisant le poids des résidus élevés dans la minimisation du problème des moindres carrés [100]. Ce type d'approche nécessite cependant de recalculer la matrice hessienne à chaque itération. Si l'algorithme IC-GN perd alors en partie de son intérêt, il demeure avantageux face à un algorithme FA-GN puisque la matrice hessienne demeure évaluée en $\mathbf{p} = \mathbf{0}$.

Concernant la distorsion optique, les erreurs commises en négligeant une distorsion radiale du premier ordre ont été évaluées (Figure IV.7). L'erreur maximale augmente linéairement avec la valeur absolue du coefficient de distorsion K_1 ainsi qu'avec l'angle de désorientation, c'est-à-dire avec la magnitude du déplacement imposé. Cette relation linéaire, déjà mise en évidence par Britton et al. [56], est connue dans la littérature. Elle est justement utilisée pour estimer la valeur du coefficient K_1 à partir de l'erreur de mesure sur le déplacement d'une mire translatée à l'aide d'une platine [127]. Concernant l'amplitude de l'erreur, elle est ici de l'ordre de 1 à 5×10^{-3} pour une distorsion de $K_1 = -3 \times 10^{-8}$ typique des caméras EBSD [76] et une désorientation inférieure à 8° . Ce résultat est conforme avec l'ordre de grandeur annoncé par Britton et al. [56]. Une comparaison des deux études est cependant délicate car les auteurs déterminent cette valeur en comparant un cliché non distordu avec sa version distordue.

Lorsque le cliché de référence et le cliché cible sont distordus de la même manière, Britton et al. [56] concluent qu'une correction des distorsions optiques n'est pas nécessaire. Il s'avère que les auteurs se basent sur une estimation favorablement trompeuse de l'erreur relative. Leurs résultats sont en réalité cohérents avec ceux de cette étude. Elle montre qu'une précision de 1×10^{-4} ne peut pas être atteinte lorsqu'une distorsion radiale typique de coefficient $K_1 = -3 \times 10^{-8}$ est négligée (Figure IV.6). D'autre part, l'erreur relative maximale en l'absence de correction dépasse allégrement les 10% sauf pour la mesure des seules déformations élastiques de l'ordre de 10^{-2} en présence de désorientations angulaires inférieures ou égales au degré ou bien pour la mesure des seules rotations supérieures à $\sim 0,5^\circ$ (Figure IV.9). Une correction est donc fortement recommandée pour la mesure des déformations élastiques typiquement comprises entre 1×10^{-4} et 2×10^{-3} , y compris lorsque la désorientation est faible.

Idéalement, il faudrait étendre cette étude à des modèles de distorsions plus complexes. Si la distorsion radiale du premier ordre a un effet prédominant [86,89,127], la distorsion optique causée par une caméra EBSD doit être plus finement caractérisée afin de vérifier dans quelle mesure une distorsion tangentielle ou une distorsion radiale du second ordre sont négligeables. De même, si la précision requise sur la position du centre optique et la valeur de K_1 correspondent à la résolution des mesures de Mingard et al. [76], quid pour les autres coefficients.

Au-delà d'une solution logicielle, des améliorations matérielles sont également envisageables. La technique HR-EBSD gagnerait à bénéficier de systèmes d'acquisition dédiés ne se limitant pas à la simple augmentation de la résolution et de la sensibilité des caméras. En plus de la distorsion optique, Mingard et al. [76] ont pointé du doigt les défauts de repositionnement et de manque de rigidité des systèmes mécaniques d'insertion des caméras. Ils sont un frein à la calibration précise du microscope par la méthode du déplacement de l'écran [75,76] (§1.2.3.2). Pour revenir à la distorsion optique, Pan et al. [128] montrent l'intérêt des objectifs bi-télécentriques pour la mesure de déformations surfaciques en mécanique expérimentale. Ces objectifs se caractérisent par des pupilles d'entrée et de sortie à l'infini, ce qui réduit fortement les effets de la distorsion optique. Mise à part leur coût supérieur aux objectifs conventionnels, ils ne présentent pas de limitation particulière pour l'observation d'un scintillateur plan, à une distance fixe avec un grandissement fixe. Ils réduisent également les problèmes liés à l'auto-échauffement de la caméra [118,128].

IV.5. Conclusions

Validation numérique de la méthode :

- Les principes d'une mesure globale basée sur une homographie linéaire et d'une correction des distorsions optiques intégrée à l'algorithme IC-GN ont été validés numériquement pour des plages de désorientation angulaire (0 à 14°) et de déformation élastique équivalente (0 à 5×10^{-2}) auxquelles la technique HR-EBSD peut être confrontée.
- En permettant un contrôle des sources d'erreur, la méthode de génération des images test a permis de mettre en évidence l'influence du biais d'interpolation sur la précision. Ce dernier peut limiter à lui seul la précision de la méthode à 1×10^{-4} lorsque la déformation élastique équivalente est inférieure $\sim 2 \times 10^{-3}$ et que la désorientation n'est que de quelques dixièmes de degré ($\leq 0,3^\circ$).
- La méthode de pré-recalage par corrélation croisée globale avec une initialisation complète de l'homographie assure la convergence de l'algorithme IC-GN vers la solution pour la quasi-totalité des cas étudiés. L'initialisation partielle de l'homographie n'est en revanche pas recommandée en présence de désorientations supérieures à $\sim 7^\circ$.
- Pour les désorientations les plus élevées ($> 11^\circ$), une convergence lente de l'algorithme est parfois observée. La précision de l'estimation initiale n'est cependant pas en cause. De plus, une valeur de 0,001 pixel pour le critère de convergence C_{conv} s'avère pertinente, en accord avec la littérature [106,107,110,111]. Comme évoqué au chapitre précédent (§III.5.1), une étude des facteurs influençant la vitesse de convergence ainsi que l'optimisation de sa définition est souhaitable. Il apparaît ici qu'un filtre spatial gaussien de rayon 1 ou 2 pixels réduit significativement le nombre d'itérations sans perte de précision, contrairement à un filtre médian.

Influence de la distorsion optique :

- L'erreur commise en négligeant une distorsion radiale du premier ordre typique des caméras EBSD [76] est de l'ordre de 10^{-3} et peut même atteindre 10^{-2} dans certains cas. Cette erreur augmente linéairement avec la valeur absolue du coefficient de distorsion K_1 et avec l'angle de désorientation tandis que le niveau de déformation élastique et la position du PC n'ont pas d'influence notable.

- Une correction de la distorsion optique est nécessaire pour la mesure des déformations élastiques typiquement comprises entre 1×10^{-4} et 2×10^{-3} , y compris lorsque la désorientation est faible. Sans correction, les erreurs relatives dépassent les 100%.
- Négliger une distorsion radiale typique, à savoir $K_1 = -3 \times 10^{-8}$, ne conduit à des erreurs relatives inférieures à 10% que pour les seules composantes de rotation si la désorientation est supérieure à $\sim 0,3^\circ$ ou pour les seules composantes de déformation élastique, si elles sont de l'ordre de 1×10^{-2} et que la désorientation est de moins de 1° .
- Pour $K_1 = -3 \times 10^{-8}$, des précisions de 1 à 3 pixels sur la position du centre optique et de $\pm 1 \times 10^{-9}$ sur le coefficient de distorsion assurent l'efficacité de la correction (erreur inférieure à $\sim 5 \times 10^{-5}$ en présence de désorientation jusqu'à 3°). La précision requise sur les paramètres du modèle de distorsion ne semble donc pas être un point aussi critique que ne l'est la précision requise sur la géométrie de projection.

Chapitre V. Applications	127
V.1. Matériel utilisé et analyse des données	128
V.1.1. Matériel utilisé	128
V.1.2. Analyse des données	129
V.1.2.1. Calcul de la désorientation intra-granulaire	130
V.1.2.2. Calcul des densités de dislocations géométriquement nécessaires.....	130
V.1.2.3. Filtrage des clichés.....	132
V.1.3. Limitations techniques	133
V.2. Structures de déformation dans des métaux déformés plastiquement.....	134
V.2.1. Caractérisation par TKD on-axis d'un acier 9Cr-ODS.....	134
V.2.1.1. Echantillon, paramètres d'acquisition et d'analyse.....	134
V.2.1.2. Résultats	136
V.2.2. Caractérisation par EBSD d'un acier IF déformée de 15% en traction	140
V.2.2.1. Echantillon, paramètres d'acquisition et d'analyse.....	140
V.2.2.2. Résultats	141
V.2.3. Comparaison des trois stratégies d'initialisation	144
V.2.3.1. Influence sur les résidus initiaux et finaux	144
V.2.3.2. Ecart angulaire entre l'estimation initiale et la solution.....	146
V.2.3.3. Conséquences sur la vitesse de convergence de l'algorithme IC-GN	148
V.3. Déformations élastiques dans des semi-conducteurs	149
V.3.1. Couche de Si _{0,69} Ge _{0,31} en épitaxie caractérisée par TKD on-axis.....	149
V.3.1.1. Echantillon, paramètres d'acquisition et d'analyse.....	149
V.3.1.2. Résultats	151
V.3.1.3. Des résultats préliminaires.....	153
V.3.2. Monocristal de GaN.....	154
V.3.2.1. Echantillon, paramètres d'acquisition et d'analyse.....	154
V.3.2.2. Résultats	156
V.4. Caractérisation d'une nanostructure déformée dans un MEB	160
V.4.1. Echantillon, paramètres d'acquisition et d'analyse.....	160
V.4.2. Résultats.....	163
V.5. Discussion.....	165
V.5.1. Principaux résultats et originalité des applications étudiées.....	165
V.5.2. HR-TKD on-axis : un compromis entre MEB et MET	167
V.6. Conclusions	170

Chapitre V.

Applications

Ce chapitre propose cinq exemples d'application de la méthode : trois métaux déformés plastiquement et deux semi-conducteurs. Pour les premiers, il s'agit de caractériser les structures de déformation au travers des distributions des désorientations intra-granulaires et des densités de dislocations géométriquement nécessaires. Pour les seconds, il s'agit de mesurer les déformations élastiques. Dans les deux cas, les techniques EBSD et TKD on-axis sont utilisées.

Dans un premier temps, le matériel utilisé est présenté. Les définitions de la désorientation intra-granulaire et des densités de dislocations géométriquement nécessaires sont données, puis les étapes du filtrage des clichés sont détaillées et illustrées.

Dans un second temps, les structures dans un acier martensitique trempé et revenu et dans un acier IF déformé de 15% sont respectivement caractérisées par TKD on-axis et EBSD. Pour le second exemple, l'apport du pré-recalage par corrélation croisée globale sur les performances de la méthode est quantifié. Les résultats ont été publiés dans *Acta Materialia* :

- ❖ C. Ernould, B. Beausir, J.-J. Fundenberger, V. Taupin, E. Bouzy, Global DIC approach guided by a cross-correlation based initial guess for HR-EBSD and on-axis HR-TKD, *Acta Mater.* 191 (2020) 131–148.

Dans un troisième temps, les déformations élastiques au niveau d'une couche de SiGe en épitaxie sont mesurées par TKD on-axis. Des domaines désorientés d'environ $0,1^\circ$ sont ensuite observés par EBSD dans un monocristal de GaN contenant des dislocations traversantes.

Enfin, le microscope utilisé est poussé au maximum de ses possibilités pour caractériser par TKD on-axis les structures de déformation dans un aluminium nanocristallin obtenu par déformation plastique sévère. Les résultats font l'objet de la publication suivante dans *Scripta Materialia* :

- ❖ C. Ernould, B. Beausir, J.-J. Fundenberger, V. Taupin, E. Bouzy, Characterization at high spatial and angular resolutions of deformed nanostructures by on-axis HR-TKD, *Scr. Mater.* 185 (2020) 30–35.

V.1. Matériel utilisé et analyse des données

V.1.1. Matériel utilisé

Les jeux de données expérimentaux étudiés dans ce chapitre ont été acquis à partir d'un microscope électronique à Balayage Zeiss Supra 40 équipé d'un canon à électron à émission de champ assisté thermiquement, également appelé à émission « Schottky » (Figure V.1). La technologie utilisée est une cathode chaude à effet tunnel. Elle offre une taille de sonde voisine du nanomètre, contre 3 à 5 nm pour les canons thermoélectroniques [129]. Ce point est essentiel pour la caractérisation de matériaux nanocristallins par TKD on-axis. De plus, la brillance du faisceau, c'est-à-dire la densité de courant d'émission par unité d'angle solide, est de l'ordre de 10^7 A.cm⁻².sr⁻¹ (contre 10^5), permettant ainsi de réduire les temps d'exposition et donc les problèmes de dérive du faisceau. Ces derniers sont particulièrement marqués aux forts grandissements utilisés en TKD on-axis (de $\times 36\ 000$ à $\times 500\ 000$ dans les exemples suivants).

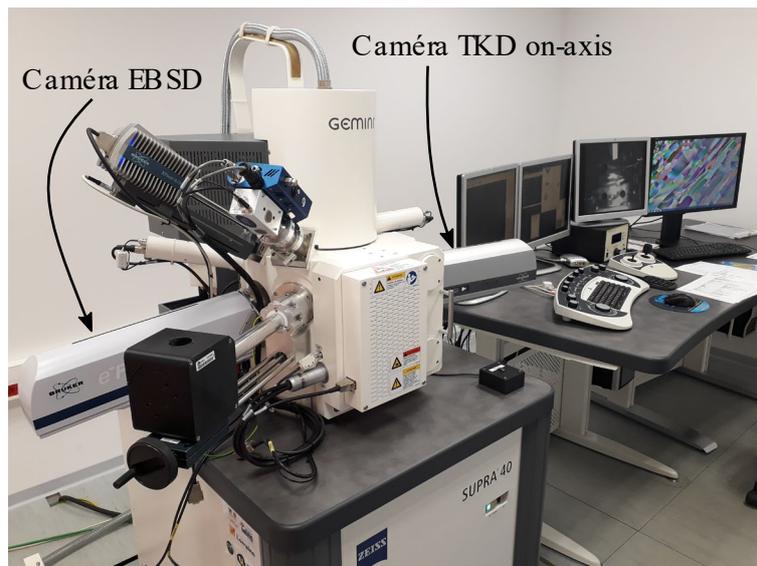


Figure V.1. MEB Zeiss Supra 40 utilisé durant la thèse.

Le microscope est équipé de deux caméras Bruker eFlash HR+ : l'une pour l'EBSD et l'autre associée au détecteur Bruker Optimus™ pour la TKD on-axis. Ces caméras sont équipées d'un capteur photographique CCD (*Charge-Coupled Device*) ayant pour résolutions maximales 1600×1200 ou 1200×1200 pixels avec une profondeur de niveaux de gris de 8 ou 16 bits.

Les deux caméras sont équipées d'un capteur Bruker Argus™ détectant les électrons rétrodiffusés (EBSD) ou diffusés vers l'avant (TKD on-axis). Désigné par FSD (forescatter electron detector) par la suite pour les deux configurations, ce capteur est

composé de trois diodes (vert, rouge, bleu) comme illustré sur la [Figure I.4a](#) (§I.1.3). Pour rappel, le contraste de l'imagerie FSD est très sensible à l'orientation cristalline, à la topographie ainsi qu'aux phases [21]. L'imagerie FSD fournit des informations qualitatives sur la surface de l'échantillon (EBSD) ou sur l'ensemble de l'épaisseur de la lame mince (TKD on-axis). Les images FSD permettront donc de vérifier dans une certaine mesure la pertinence des résultats de l'analyse HR-EBSD/HR-TKD.

V.1.2. Analyse des données

Les clichés de diffraction sont acquis avec une profondeur de 16 bits et enregistrés bruts par le logiciel Bruker ESPRIT 1.9 dans un fichier *.bcf, lequel est importé dans ATEX-software [90]. Ce dernier assure l'interface avec le programme FORTRAN qui effectue l'analyse HR-EBSD/HR-TKD (§III.4). Plus particulièrement, il sélectionne le cliché de référence pour chaque grain. Il s'agit du point le plus proche du centre de gravité du grain et dont le contraste de bande est au moins supérieur à 90% du maximum observé dans le grain.

Durant l'analyse HR-EBSD/HR-TKD par le programme FORTRAN, l'algorithme IC-GN est appliqué en considérant un nombre maximal n_{max} de 1000 itérations et un critère de convergence C_{conv} de 0,001 pixel. Les coefficients des B-splines biquintiques sont utilisés pour l'interpolation et le calcul des gradients d'intensité. Sauf mention contraire, les régions d'intérêt sont centrées sur les clichés. Leur taille sera précisée ultérieurement pour chaque application, de même que la stratégie adoptée pour l'estimation initiale.

A l'issue de l'analyse, le programme FORTRAN retourne un fichier contenant, entre autres, les composantes de déformation élastique ε_{ij} et les rotations du cristal w_i déduites de la décomposition polaire à gauche du tenseur gradient de transformation F^e (§I.2.1.3). Sauf mention contraire, elles sont exprimées dans le repère de l'échantillon. ATEX-software se charge de l'affichage des résultats ainsi que de leur exploitation. Il calcule notamment les cartes de désorientation intra-granulaire et de densités de dislocations géométriques nécessaires (GND : *geometrically necessary dislocation densities*) qui seront présentées dans ce chapitre.

V.1.2.1. Calcul de la désorientation intra-granulaire

L'angle de désorientation intra-granulaire $\Delta\theta$ entre le point de référence (« A ») et chacun des autres pixels du grain (« B ») est calculé à partir de leurs matrices d'orientation respectives \mathbf{g}_A et \mathbf{g}_B , lesquelles sont déduites des angles d'Euler obtenus par l'indexation :

$$\Delta\theta = \min_k \left[\arccos \left(\frac{\text{tr}(\Delta\mathbf{g}^k) - 1}{2} \right) \right], \quad (\text{V.1})$$

où

$$\Delta\mathbf{g}^k = (\mathbf{s}^k \cdot \mathbf{g}_B) \cdot (\mathbf{s}^k \cdot \mathbf{g}_A)^{-1} \quad (\text{V.2})$$

est la matrice de « désorientation » pour la k -ième symétrie du cristal. Cette désorientation peut être décomposée en trois rotations w_i^{HTI} (HTI : *Hough-transform based indexing*) autour des axes du repère de l'échantillon :

$$w_i^{HTI} = -e_{ijk} \cdot \Delta g_{ij} \cdot \frac{\Delta\theta}{2 \cdot \sin(\Delta\theta)}, \quad (\text{V.3})$$

où e_{ijk} est le symbole de permutation de Levi-Civita. Les rotations w_i^{HTI} sont utilisées dans le cadre d'une initialisation de l'homographie basée sur l'indexation (§III.2.1.1).

Afin de comparer la désorientation déduite de l'indexation à celle obtenue par HR-EBSD/HR-TKD, la matrice de rotation entre A et B est composée à partir des trois rotations w_i sur le même principe que les équations (III.14) et (III.15) :

$$\mathbf{R}^{A \rightarrow B} = \begin{bmatrix} c_2 \cdot c_3 & s_1 \cdot s_2 \cdot c_3 - c_1 \cdot s_3 & c_1 \cdot s_2 \cdot c_3 + s_1 \cdot s_3 \\ c_2 \cdot s_3 & s_1 \cdot s_2 \cdot s_3 + c_1 \cdot c_3 & c_1 \cdot s_2 \cdot s_3 - s_1 \cdot c_3 \\ -s_2 & s_1 \cdot c_2 & c_1 \cdot c_2 \end{bmatrix} \quad (\text{V.4})$$

où $c_i = \cos(w_i)$ et $s_i = \sin(w_i)$, $i \in \llbracket 1 ; 3 \rrbracket$. Elle se substitue aux matrices $\Delta\mathbf{g}^k$ pour le calcul de l'angle de désorientation $\Delta\theta$ par l'équation (V.1).

V.1.2.2. Calcul des densités de dislocations géométriquement nécessaires

Selon la théorie de Nye-Kröner [130,131], le tenseur de Nye $\boldsymbol{\alpha}$ est calculé à partir du rotationnel du tenseur des déformations élastiques $\boldsymbol{\varepsilon}$ et des courbures élastiques du cristal $\boldsymbol{\kappa}_e$ comme suit :

$$\boldsymbol{\alpha} = \text{curl } \boldsymbol{\varepsilon} + \text{tr}(\boldsymbol{\kappa}_e) \cdot \mathbf{I} - \boldsymbol{\kappa}_e^T. \quad (\text{V.5})$$

Il admet pour norme

$$\|\boldsymbol{\alpha}\| = \sqrt{\alpha_{ij} \cdot \alpha_{ij}}. \quad (\text{V.6})$$

Le tenseur $\boldsymbol{\varepsilon}$ est directement obtenu par l'analyse HR-EBSD/HR-TKD tandis que les courbures du cristal sont approximées comme suit :

$$\kappa_{ij} \cong \Delta w_i / \Delta x_j, \quad (\text{V.7})$$

où Δx_j est le pas de la carte d'orientation dans la direction x_j et où Δw_i est la différence des rotations w_i entre deux points successifs suivant la direction considérée. Les densités de dislocations α_{ij} sont homogènes à l'inverse d'une longueur.

Elles sont ici exprimées en μm^{-1} . Dans la littérature, elles peuvent être exprimées en m^{-2} en les divisant par la norme b du vecteur de Burgers (la conversion sera précisée sur les figures). Compte tenu du caractère bidimensionnel des cartes de rotation et de déformation obtenues, il n'est pas possible de calculer l'ensemble du tenseur de Nye α , l'équation (V.5) nécessitant des dérivations suivant la direction \vec{X}_3 :

$$\alpha = \begin{bmatrix} \frac{\partial \varepsilon_{12}}{\partial x_3} - \frac{\partial \varepsilon_{13}}{\partial x_2} & \frac{\partial \varepsilon_{13}}{\partial x_1} - \frac{\partial \varepsilon_{11}}{\partial x_3} & \frac{\partial \varepsilon_{11}}{\partial x_2} - \frac{\partial \varepsilon_{12}}{\partial x_1} \\ \frac{\partial \varepsilon_{22}}{\partial x_3} - \frac{\partial \varepsilon_{23}}{\partial x_2} & \frac{\partial \varepsilon_{23}}{\partial x_1} - \frac{\partial \varepsilon_{21}}{\partial x_3} & \frac{\partial \varepsilon_{21}}{\partial x_2} - \frac{\partial \varepsilon_{22}}{\partial x_1} \\ \frac{\partial \varepsilon_{32}}{\partial x_3} - \frac{\partial \varepsilon_{33}}{\partial x_2} & \frac{\partial \varepsilon_{33}}{\partial x_1} - \frac{\partial \varepsilon_{31}}{\partial x_3} & \frac{\partial \varepsilon_{31}}{\partial x_2} - \frac{\partial \varepsilon_{32}}{\partial x_1} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \frac{\partial w_{12}}{\partial x_3} - \frac{\partial w_{13}}{\partial x_2} & \frac{\partial w_{13}}{\partial x_1} & \frac{\partial w_{21}}{\partial x_1} \\ \frac{\partial w_{32}}{\partial x_2} & \frac{\partial w_{23}}{\partial x_1} - \frac{\partial w_{21}}{\partial x_3} & \frac{\partial w_{21}}{\partial x_2} \\ \frac{\partial w_{32}}{\partial x_3} & \frac{\partial w_{13}}{\partial x_3} & \frac{\partial w_{31}}{\partial x_2} - \frac{\partial w_{32}}{\partial x_1} \end{bmatrix} \quad (\text{V.8})$$

avec $w_{12} = -w_{21} = -w_3$, $w_{13} = -w_{31} = w_2$ et $w_{23} = -w_{32} = -w_1$. Seules les composantes α_{13} , α_{23} et α_{33} du tenseur de Nye ainsi que la différence $\alpha_{11} - \alpha_{22}$ sont connues totalement [44,45,132]. Les composantes α_{12} et α_{21} sont déterminées en négligeant les déformations élastiques, la contribution du rotationnel de ε dans le calcul n'étant connue que partiellement. Enfin, les composantes α_{31} et α_{32} ne sont pas calculables, ni la contribution des courbures élastiques ni celle des déformations élastiques n'étant complètement estimables.

Les densités de dislocations α_{ij}^{HTI} se déduisent des résultats de l'indexation en considérant les rotations w_i^{HTI} dans l'équation (V.7) et en négligeant la déformation élastique dans les équations (V.5) et (V.8).

V.1.2.3. Filtrage des clichés

Le filtrage des clichés implique quatre étapes :

- 1) Suppression du fond continu à partir d'une image fournie par l'utilisateur ou par filtrage. Dans le second cas, les pixels morts sont d'abord retirés par un filtre médian appliqué uniquement aux pixels dont l'intensité diffère de plus de 25% par rapport à la moyenne de leurs voisins directs. L'enveloppe due à la diffusion inélastique est ensuite soustraite avec un filtre spatial passe-haut logarithmique :

$$\hat{s}(x, y) = N^2 \cdot \log[s(x, y) + 1] - \sum_{i=-k}^k \sum_{j=-k}^k \log[s(x + i, y + j) + 1] \quad (\text{V.9})$$

où $s(x, y)$ et $\hat{s}(x, y)$ sont les intensités initiales et filtrées et où $N = 2 \cdot k + 1$ est la taille du filtre fixée par l'utilisateur.

- 2) Réduction du bruit par un filtre spatial gaussien (rayon fixé par l'utilisateur).
- 3) Normalisation à zéro des intensités (moyenne nulle et écart-type de 1) et troncature des valeurs extrêmes à $\pm 3,5$.
- 4) Si nécessaire, application locale d'un masque contenant du bruit (uniquement pour les clichés de référence).

La [Figure V.2](#) illustre les étapes du filtrage à partir d'un cliché TKD on-axis de 600×600 pixels. Comparé aux clichés EBSD, la dynamique du fond continu est beaucoup plus importante ([Figure V.2a](#)). Une fois le fond soustrait par un filtre passe-haut logarithmique de taille $N = 71$ pixels, les niveaux d'intensités sont relativement uniformes à l'échelle du cliché ([Figure V.2b](#)). Un filtre gaussien de rayon un pixel est alors appliqué puis les intensités sont normalisées ([Figure V.2c](#)). S'il s'agit du cliché de référence, un masque contenant du bruit suivant une distribution normale de moyenne nulle et d'écart-type 1 est appliqué au niveau des taches de diffraction et du faisceau transmis ([Figure V.2d](#)). Il peut être défini de deux manières : à partir des zones délimitées par l'utilisateur et/ou en seuillant les intensités. Ici, le masque est appliqué à tous les pixels dont l'intensité est supérieure à 75% du maximum (3,5) en valeur absolue. Il est complété par un disque de 40 pixels de rayon défini manuellement (en rouge sur la [Figure V.2d](#)). Les paramètres du filtrage des clichés seront précisés ultérieurement pour chacun des jeux de données étudiés.

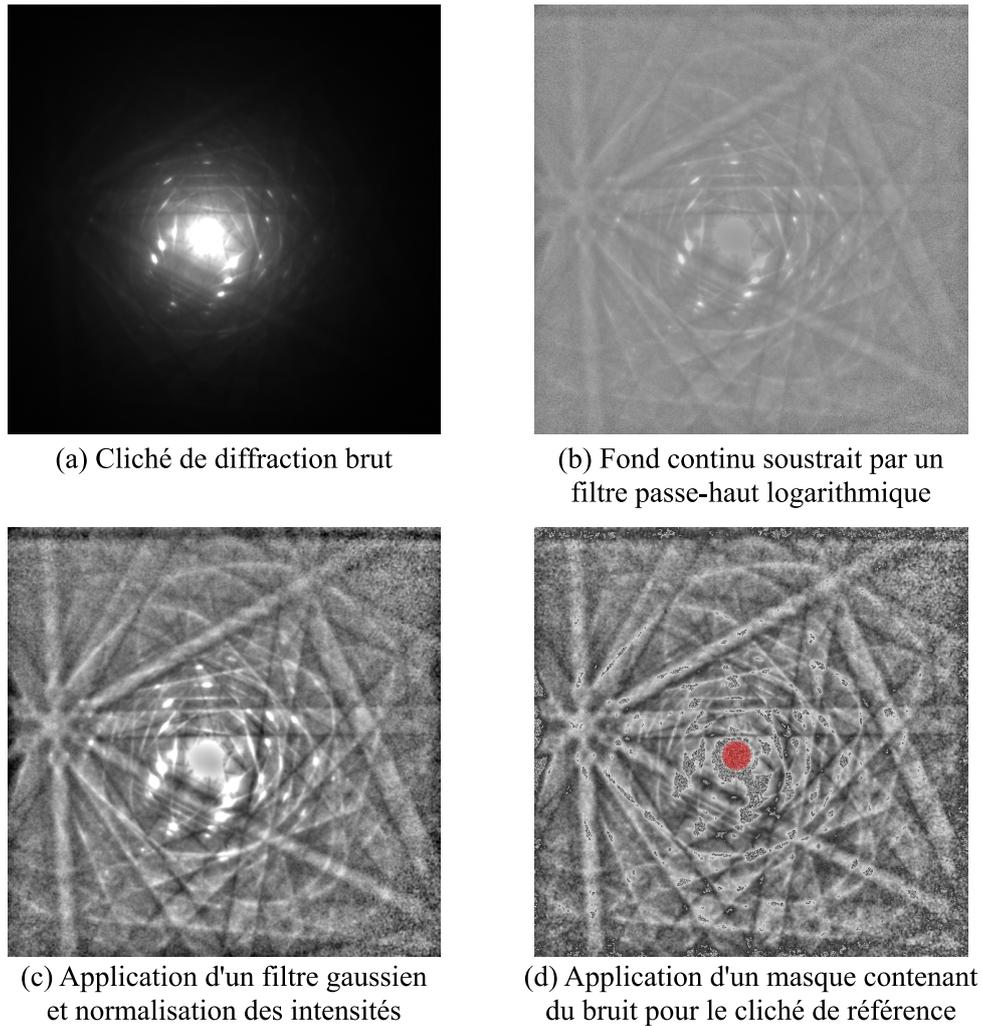


Figure V.2. Etapes du filtrage d'un cliché TKD on-axis.

V.1.3. Limitations techniques

Le tenseur gradient de transformation déviatorique $\hat{\mathbf{F}}^e$ est déduit des paramètres de déformation de l'homographie en considérant la géométrie de projection déterminée par le logiciel Bruker ESPRIT 1.9 utilisé pour l'indexation. La calibration repose sur la méthode de Krieger Lassen [70]. Bien que la résolution de la transformée de Hough soit fixée au maximum, l'incertitude de cette méthode sur la géométrie de projection est trop élevée pour la mesure précise des déformations élastiques [51,56]. Des déformations élastiques irréelles (*phantom strain*) de l'ordre de 10^{-3} seront donc possiblement présentes (§I.2.3.3). Le déplacement de la sonde est estimé à partir du pas de la cartographie d'orientation et connaissant l'inclinaison de l'échantillon pour les analyses HR-EBSD. Il est négligé pour les analyses HR-TKD on-axis, les zones étudiées faisant seulement quelques microns de large. De plus, les distorsions optiques causées par les caméras utilisées sont inconnues et non mesurées. La correction intégrée à l'algorithme IC-GN ne se sera donc pas utilisée.

V.2. Structures de déformation dans des métaux déformés plastiquement

Dans cette section, des métaux déformés plastiquement sont caractérisés en matière de désorientation intra-granulaire et de densités de GND. Une lame mince d'acier martensitique à dispersion d'oxyde (ODS : *oxide dispersed strengthened*) trempé et revenu est d'abord observée par TKD on-axis. Ensuite, un échantillon d'acier IF (*interstitial free*) déformé de 15% en traction uniaxiale est caractérisé par EBSD. Il présente des désorientations intra-granulaires allant jusqu'à 12° permettant d'évaluer expérimentalement l'apport de la méthode de pré-recalage par corrélation croisée globale sur l'efficacité numérique de l'algorithme IC-GN. A noter que les résultats suivants ont été obtenus à partir de la dernière version du programme FORTRAN. Ils diffèrent légèrement de ceux publiés dans *Acta Materialia* [119]. La vitesse de convergence de l'algorithme IC-GN a également été améliorée depuis (§III.5.1).

V.2.1. Caractérisation par TKD on-axis d'un acier 9Cr-ODS

V.2.1.1. Echantillon, paramètres d'acquisition et d'analyse

Une lame mince d'un acier martensitique 9Cr-ODS est obtenue par amincissement électrolytique à double jets (*twin jet polishing*). Le matériau a subi une austénitisation à 1050°C pendant 10 minutes suivie d'une trempe à l'hélium, d'un revenu à 600°C pendant 20 minutes et d'un refroidissement à l'air libre. Le matériau est localement fortement cisailé durant la transformation martensitique. Le revenu donne lieu à un détensionnement des contraintes résiduelles et à une restauration partielle. Les paramètres de l'acquisition, réalisée par Dr. Etienne Brodu, sont résumés dans le [Tableau V.1](#). La lame mince est cartographiée par TKD on-axis à un grandissement de $\times 37\,000$ avec un pas de 10 nm. Afin d'assurer une résolution spatiale latérale la meilleure possible, un faible courant de sonde de 1,25 nA est utilisé (*low current mode*) tandis que la tension d'accélération est maximale (30kV).

A cette échelle, la dérive du faisceau est un problème majeur. Des clichés de diffraction de 600×600 pixels sont donc acquis avec un temps d'exposition de 40 ms sans moyennage d'images. Le filtrage appliqué aux clichés est celui décrit précédemment (§V.1.2.3) et illustré sur la [Figure V.2](#). Le cliché considéré dans l'exemple est la référence du grain central de la carte d'orientation. Il présente l'un des meilleurs rapports signal sur bruit parmi l'ensemble des clichés de la carte d'orientation. La position du cliché de référence de chaque grain est indiquée par une croix blanche sur la [Figure V.4a](#).

Configuration TKD on-axis	
Distance de travail (<i>WD</i>)	3,75 mm
Distance échantillon-détecteur (<i>DD</i>)	24,63 mm
Inclinaison de l'échantillon	0°
Inclinaison du détecteur	0.4° (par rapport à l'horizontale)
Zone cartographiée	
Grandissement	×37 000
Pas de mesure	10 nm
Taille de la carte	3,09×2,32 μm ² (71 688 points)
Paramètres d'acquisition des clichés	
Tension d'accélération	30 kV
Courant de sonde	1,25 nA (ouverture centrale de 60 μm)
Résolution des clichés	600×600 pixels (taille de pixel : 40 μm)
Temps d'exposition	40 ms
Nombres d'images moyennées	1

Tableau V.1. Paramètres d'acquisition par TKD on-axis dans l'acier ODS.

Ce cliché est repris sur la [Figure V.3a](#) qui illustre la position et la taille des régions d'intérêt utilisées pour l'étape de pré-recalage (zone verte carrée de 512×512 pixels) et pour l'algorithme IC-GN (zone bleue circulaire de rayon 235 pixels).

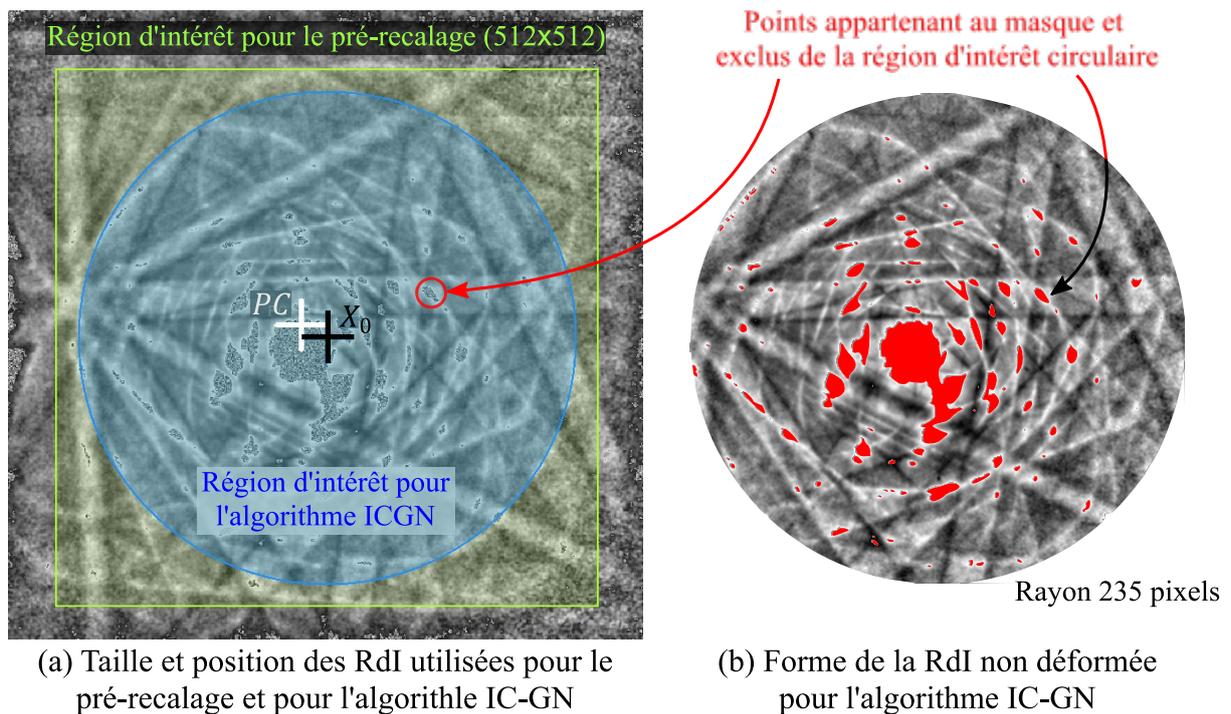


Figure V.3. Position, taille et forme des régions d'intérêt utilisées pour l'analyse des clichés TKD on-axis dans l'acier ODS. Le cliché utilisé pour l'illustration est le cliché de référence du grain central de la carte (repéré par une croix blanche sur la [Figure V.4c](#)).

L'homographie est initialisée de manière complète à partir des mesures par corrélation croisée globale. L'utilisation d'une région circulaire s'explique par la faiblesse du rapport signal sur bruit dans les coins des clichés. La région est également ajourée en excluant les points appartenant au masque (zones rouges sur la [Figure V.3b](#)) de sorte que le faisceau transmis et les taches de diffraction soient absents de la région de référence non déformée. Le masque étant propre à chaque cliché de référence, le nombre de points formant la région d'intérêt varie légèrement d'un grain à l'autre.

V.2.1.2. Résultats

La [Figure V.4](#) compare les résultats de l'analyse HR-TKD on-axis avec ceux obtenus à partir de l'indexation par la transformée de Hough. L'indexation basée sur la transformée de Hough conduit ici à un bruit d'environ $0,5^\circ$ sur l'angle de désorientation intra-granulaire ([Figure V.4a](#) et profil rouge sur la [Figure V.5a](#)). L'incertitude sur l'axe de désorientation réduit fortement la sensibilité du calcul des densités de GND ([Figure V.4b](#)). Seuls les sous-joints de grain dont la désorientation est supérieure à $\sim 2,5^\circ$ se détachent du bruit de fond de l'ordre de 1 à $2 \mu\text{m}^{-1}$ (soit 4 à $8 \times 10^{15} \text{m}^{-2}$) comme le montrent les trois pics du profil rouge sur la [Figure V.5b](#).

L'angle de désorientation estimé par la méthode de pré-recalage seule ([Figure V.4c](#)) est moins bruité que celui déduit de l'indexation ([Figure V.4a](#)). La différence est particulièrement visible aux faibles désorientations ($< 1,5^\circ$) ce qui est cohérent avec les résultats de la validation numérique où l'erreur sur l'angle de désorientation est inférieure à $0,25^\circ$ ([Figure IV.3a,c](#)). De plus, l'estimation initiale assure une convergence de l'algorithme IC-GN en quasiment tout point de la carte et ce malgré la présence de sous-joints de grain. Le fait d'avoir adopté une stratégie d'initialisation indépendante du chemin suivi est ainsi particulièrement bien illustré dans cet exemple.

Il faut néanmoins souligner que le logiciel d'indexation Bruker n'est pas dédié à l'analyse de clichés TKD on-axis. La transformée de Hough a notamment tendance à identifier les bords des bandes de Kikuchi plutôt que leur centre à cause de l'asymétrie du contraste de diffraction en transmission comme l'ont pointé Niessen et al. [17]. Cela peut conduire à une erreur systématique sur l'angle de désorientation entre deux sous-grains, expliquant les écarts relativement constants observés avec l'angle de désorientation mesuré par HR-TKD sur le profil de la [Figure V.5a](#). C'est pourquoi les performances de la méthode de recalage ne sont pas comparées à celles d'une initialisation basée sur l'indexation dans cet exemple. Cette comparaison sera réalisée par la suite à partir de clichés EBSD.

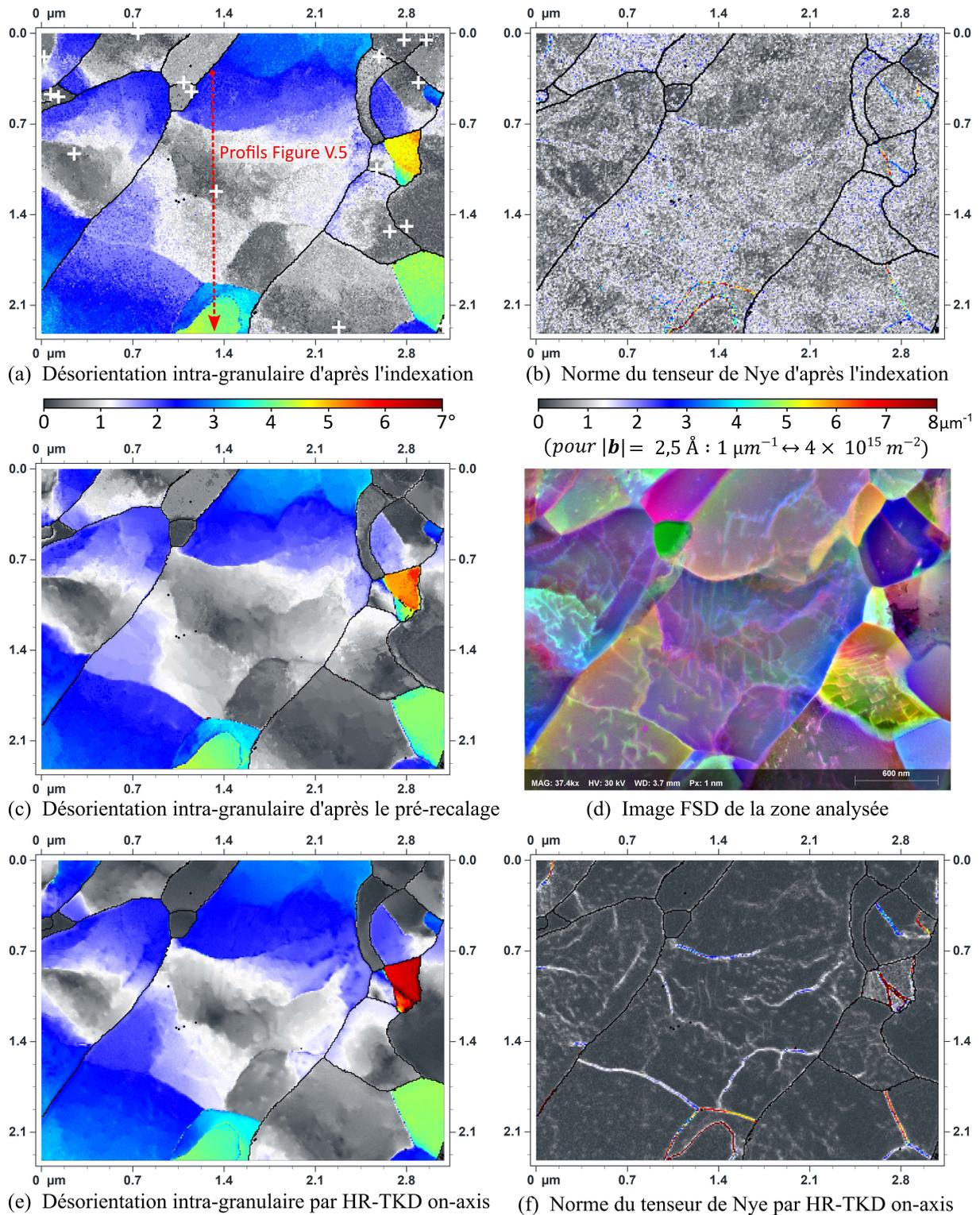


Figure V.4. (a) Désorientation intra-granulaire déduite de l'indexation par la transformée de Hough et (b) norme du tenseur de Nye correspondante. Les croix blanches indiquent la position du cliché de référence de chacun des grains. (c) Désorientation angulaire estimée par la méthode de pré-recalage par corrélation croisée globale. (d) Image FSD. (e) Désorientation intra-granulaire d'après l'analyse HR-TKD on-axis et (f) norme du tenseur de Nye (en négligeant les déformations élastiques).

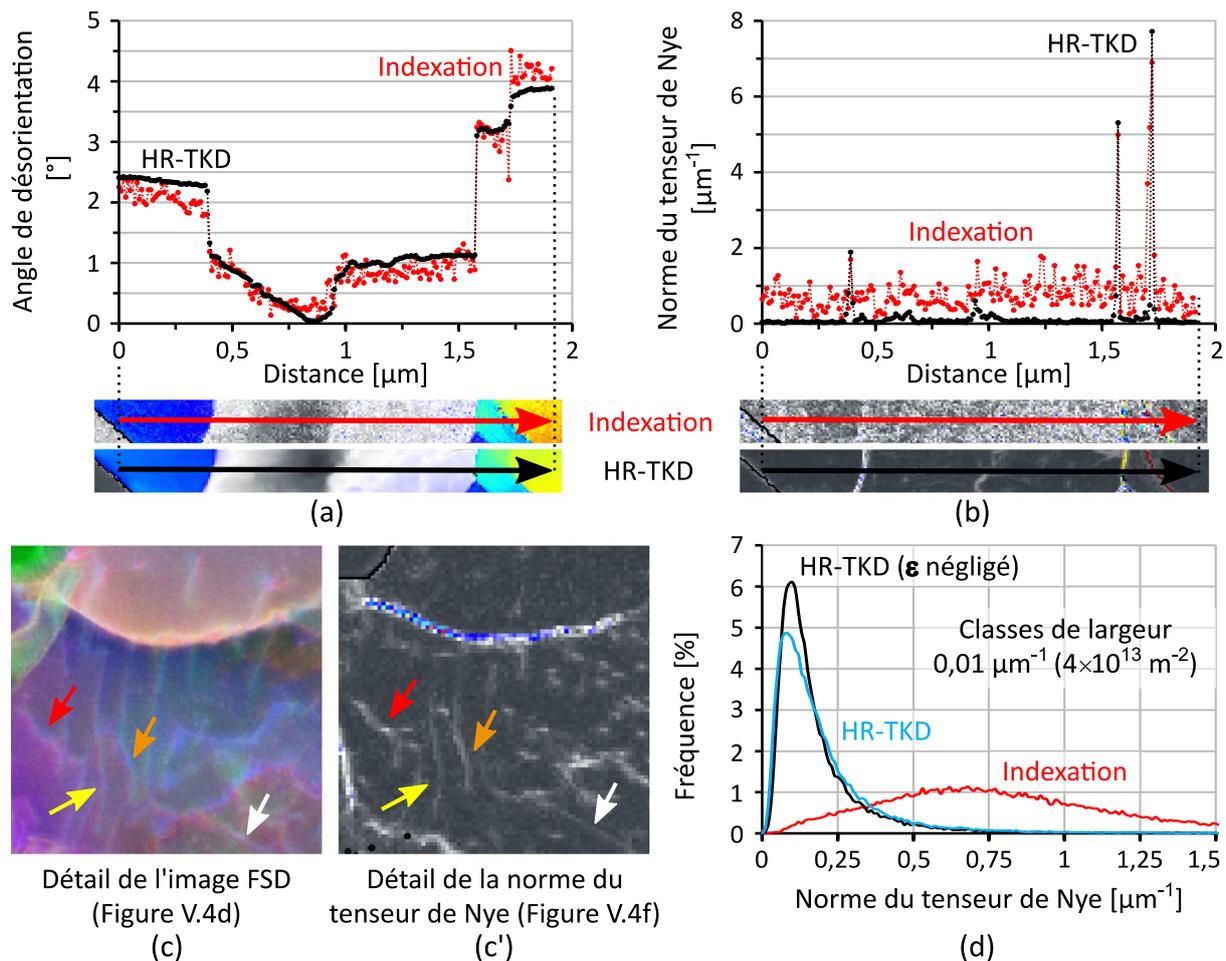


Figure V.5. (a) Profil de l'angle de désorientation intra-granulaire et (b) de la norme du tenseur de Nye déterminés par HR-TKD (noir) ou à partir de l'indexation (rouge). (c,c') Correspondance de détails de l'image FSD avec la norme du tenseur de Nye obtenue par HR-TKD. (d) Distribution de la norme du tenseur de Nye pour différentes méthodes de calcul.

La solution exacte étant inconnue, l'image FSD (Figure V.4c) permet d'évaluer qualitativement la pertinence des cartes obtenues par HR-TKD on-axis (Figure V.4e,f). L'épaisseur de la lame étant supposée relativement constante sur la zone observée et une seule phase étant présente (hors les nano précipités de chrome), l'image FSD montre essentiellement un contraste d'orientation.

Malgré la résolution et la qualité des clichés relativement faibles par rapport aux standards de la technique HR-EBSD, la méthode proposée parvient ici à rendre compte de détails fins de la microstructure de déformation. Ce qui semble être des dislocations isolées sur le détail de l'image FSD (Figure V.5c) est visible sur le détail de la norme du tenseur de Nye (Figure V.5c'). A noter que l'image FSD fournit une information sur l'intégralité de l'épaisseur de la lame tandis que le signal de diffraction utilisé pour le recalage des images provient exclusivement de la face inférieure de la lame. Certains

détails de l'image FSD peuvent donc ne pas être visibles sur les cartes HR-TKD on-axis.

Du fait des limitations techniques concernant la calibration et la distorsion optique (§V.1.3), les déformations élastiques sont incertaines. Si elles sont montrées à titre indicatif sur la Figure V.6, elles sont négligées dans le calcul de la norme du tenseur de Nye tracée sur la Figure V.4f. Leur prise en compte ne change pas significativement les résultats, qui sont principalement légèrement plus bruités, comme l'indique la hauteur plus faible du pic dans la distribution de la norme du tenseur de Nye sur la Figure V.5d, où la courbe bleue est à comparer à la courbe noire.

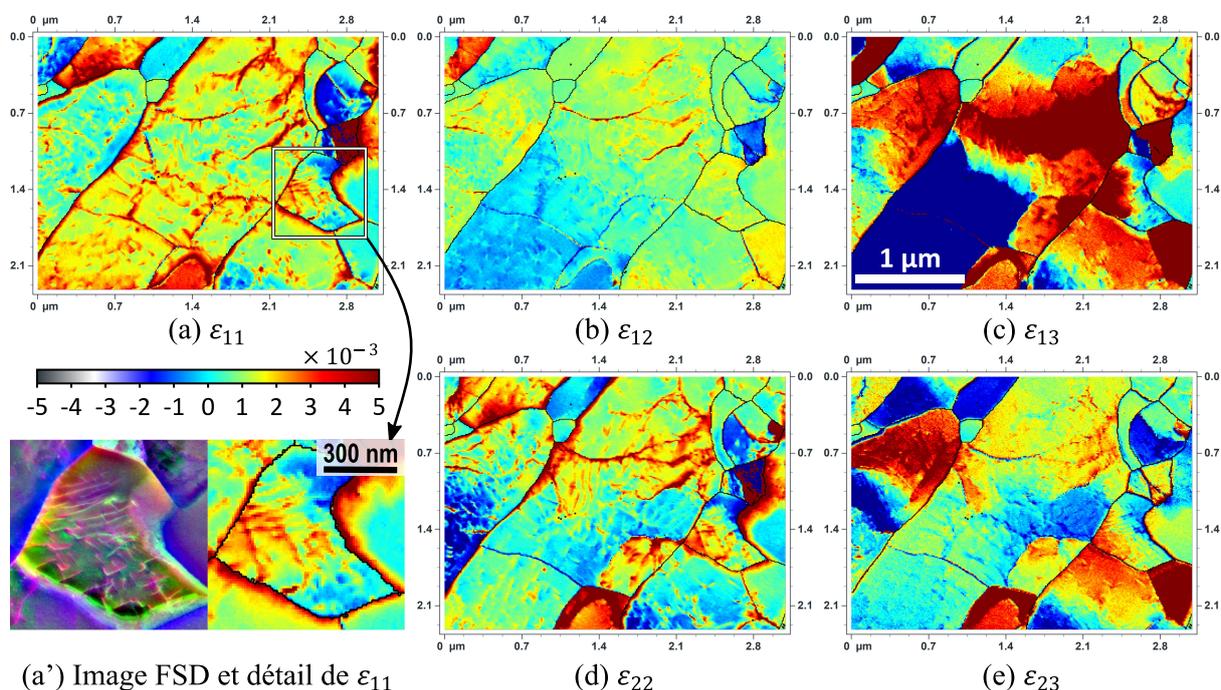


Figure V.6. Cartes des déformations élastiques dans l'acier ODS exprimées dans le repère de l'échantillon. La composante ε_{33} est absente car la validité de l'hypothèse $\sigma_{33} = 0$ n'est pas garantie, des précipités étant possiblement proches de la surface.

Des écarts allant jusqu'à $\sim 2^\circ$ sur l'angle de désorientation déterminé à partir de l'indexation ou par l'analyse HR-TKD on-axis sont observés au niveau du grain triangulaire présentant la plus forte désorientation intra-granulaire sur la Figure IV.3e. D'une part, la désorientation semble sous-estimée par l'indexation, comme le suggère l'estimation initiale par corrélation croisée globale. D'autre part, c'est un grain où la qualité des clichés est relativement faible. Si l'analyse des résidus n'a pas révélé de désalignement particulier entre des bandes de Kikuchi de la référence et des cibles, les déformations élastiques mesurées dépassent la limite élastique du matériau et perturbent probablement la détermination des rotations. Mis à part leur amplitude, les cartes de déformation élastique (Figure V.6) semblent dans l'ensemble vraisemblables,

certaines détails correspondant qualitativement aux observations FSD comme le souligne la [Figure V.6a'](#). A noter que comme le matériau contient des précipités de chrome nanométriques proches de la surface, la condition de traction libre de la surface ($\sigma_{33} = 0$) n'est pas assurée [54] (§I.2.1.4). La carte ε_{33} est donc absente.

V.2.2. Caractérisation par EBSD d'un acier IF déformée de 15% en traction

V.2.2.1. Echantillon, paramètres d'acquisition et d'analyse

Une éprouvette d'acier IF déformée de 15% en traction uni-axiale quasi-statique est caractérisée par EBSD. La surface est préparée par polissage mécanique manuel. Un pré-polissage avec papier abrasif SiC #1600 est suivi d'un polissage diamanté avec des solutions contenant des particules en suspension de taille 9 μm puis 3 μm . Enfin, une suspension à la silice colloïdale est utilisée pour le polissage final.

Les paramètres d'acquisition sont résumés dans le [Tableau V.2](#). Des clichés de 600×600 pixels ([Figure V.7a](#)) sont obtenus en moyennant deux images acquises avec un temps d'exposition de 75 ms, soit près du double de celui utilisé pour l'acier ODS. Cela reste particulièrement court comparé aux temps d'exposition de 200 ms [51], 3×0,35s [93] ou 2s [52,63] rencontrés dans la littérature. La qualité des clichés est cependant avant tout limitée par la déformation plastique et ne peut pas être significativement augmentée avec des temps d'exposition plus longs.

Configuration EBSD	
Distance de travail (<i>WD</i>)	15,26 mm
Distance échantillon-détecteur (<i>DD</i>)	16,29 mm
Inclinaison de l'échantillon	70°
Inclinaison du détecteur	-5,4° (par rapport à la verticale)
Zone cartographiée	
Grandissement	×1600
Pas de mesure	220 nm
Taille de la carte	72,2×54,2 μm^2 (79 376 points)
Paramètres d'acquisition des clichés	
Tension d'accélération	20 kV
Courant de sonde	7,1 nA (ouverture maximale de 120 μm)
Résolution des clichés	600×600 pixels (taille de pixel : 40 μm)
Temps d'exposition	75 ms
Nombres d'images moyennées	2

Tableau V.2. Paramètres d'acquisition de la carte d'orientation par EBSD dans l'échantillon d'acier IF déformé de 15% en traction.

Les pixels morts sont filtrés puis le fond continu est soustrait avec un filtre passe-haut logarithmique de taille 51 pixels avant de réduire le bruit avec un filtre gaussien de rayon 1 pixel (Figure V.7b). Des poussières et une fibre déposées sur le scintillateur sont respectivement cachées en appliquant un masque sur les intensités les plus faibles et en définissant une région circulaire de 55 pixels de diamètre (en rouge sur la Figure V.7b). A noter que le cliché utilisé pour l'illustration est la référence du grain de la carte présentant les désorientations intra-granulaires les plus élevées.

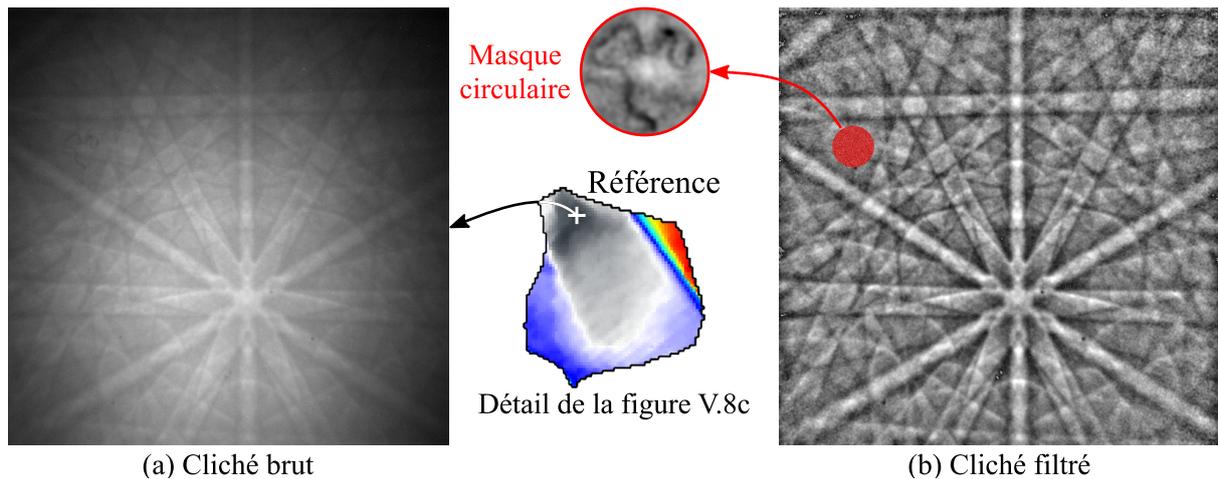


Figure V.7. Exemple de cliché (a) brut et (b) filtré acquis dans l'échantillon d'acier IF.

Trois stratégies d'initialisation sont étudiées à travers cette application : celle basée sur l'indexation par la transformée de Hough ainsi que celle par corrélation croisée globale avec l'initialisation partielle ou complète de l'homographie. Pour ces deux dernières, une région carrée de 512×512 pixels est utilisée. L'algorithme IC-GN repose sur une région circulaire de rayon 245 pixels où les pixels appartenant au masque sont exclus.

V.2.2.2. Résultats

La désorientation intra-granulaire et la norme du tenseur de Nye obtenues à partir de l'indexation par la transformée de Hough (Figure V.8a,b) sont comparées aux résultats de l'analyse HR-EBSD lorsque l'homographie est initialisée de manière complète à partir du pré-recalage par corrélation croisée globale (Figure V.8c,d). Pour une meilleure visualisation des couleurs, l'angle de désorientation est tracé entre 0 et 8° sauf dans les régions délimitées par un trait en pointillés noirs, lesquelles présentent des désorientations intra-granulaires allant jusqu'à 12°.

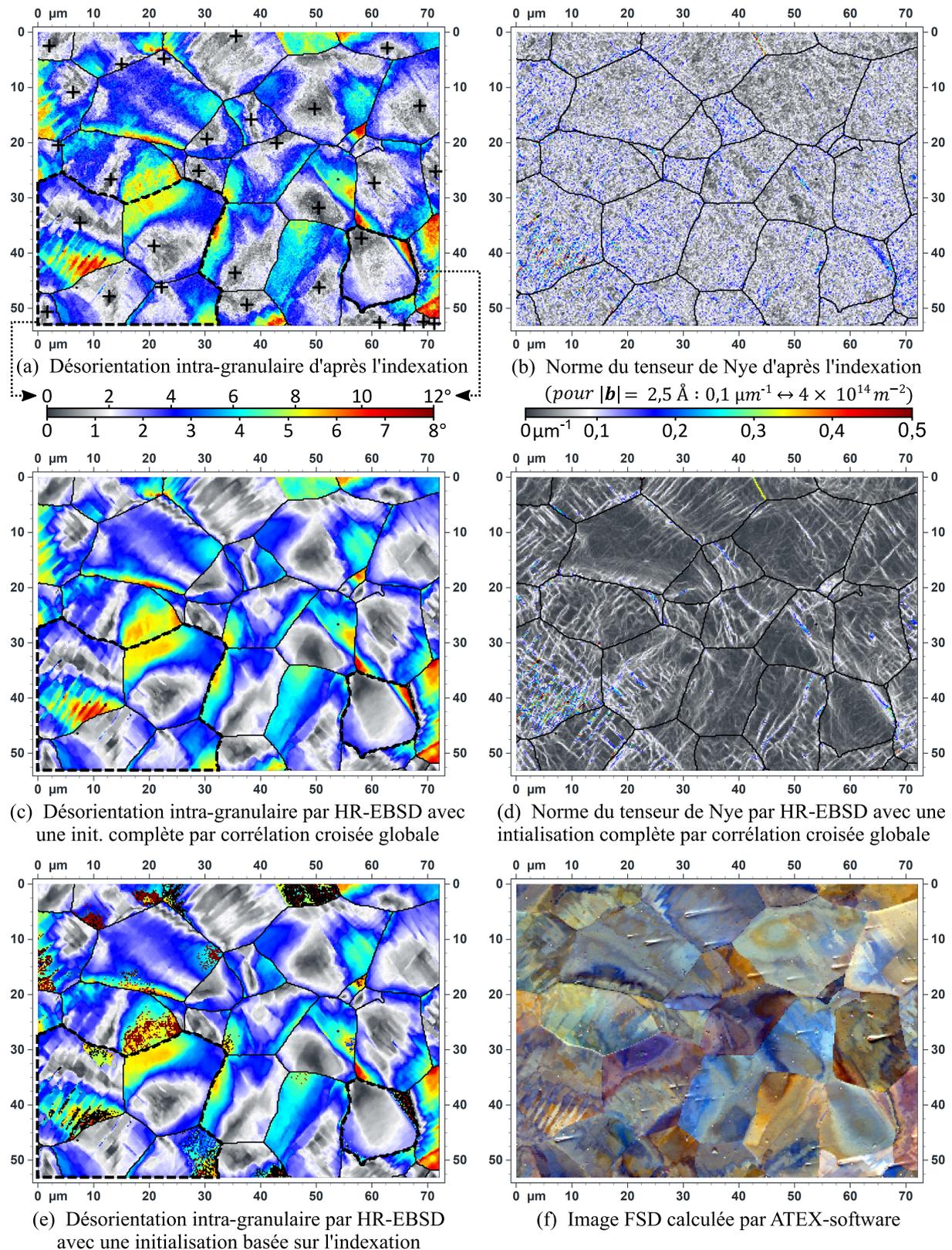


Figure V.8. Désorientation intra-granulaire et norme du tenseur de Nye d'après (a, b) l'indexation et d'après (c, d) l'analyse HR-EBSD avec un pré-recalage des clichés. Les croix noires sur la figure (a) indiquent la position du cliché de référence de chacun des grains. (e) Désorientation intra-granulaire d'après l'analyse HR-EBSD suite à une initialisation basée sur l'indexation. (f) Image FSD virtuelle.

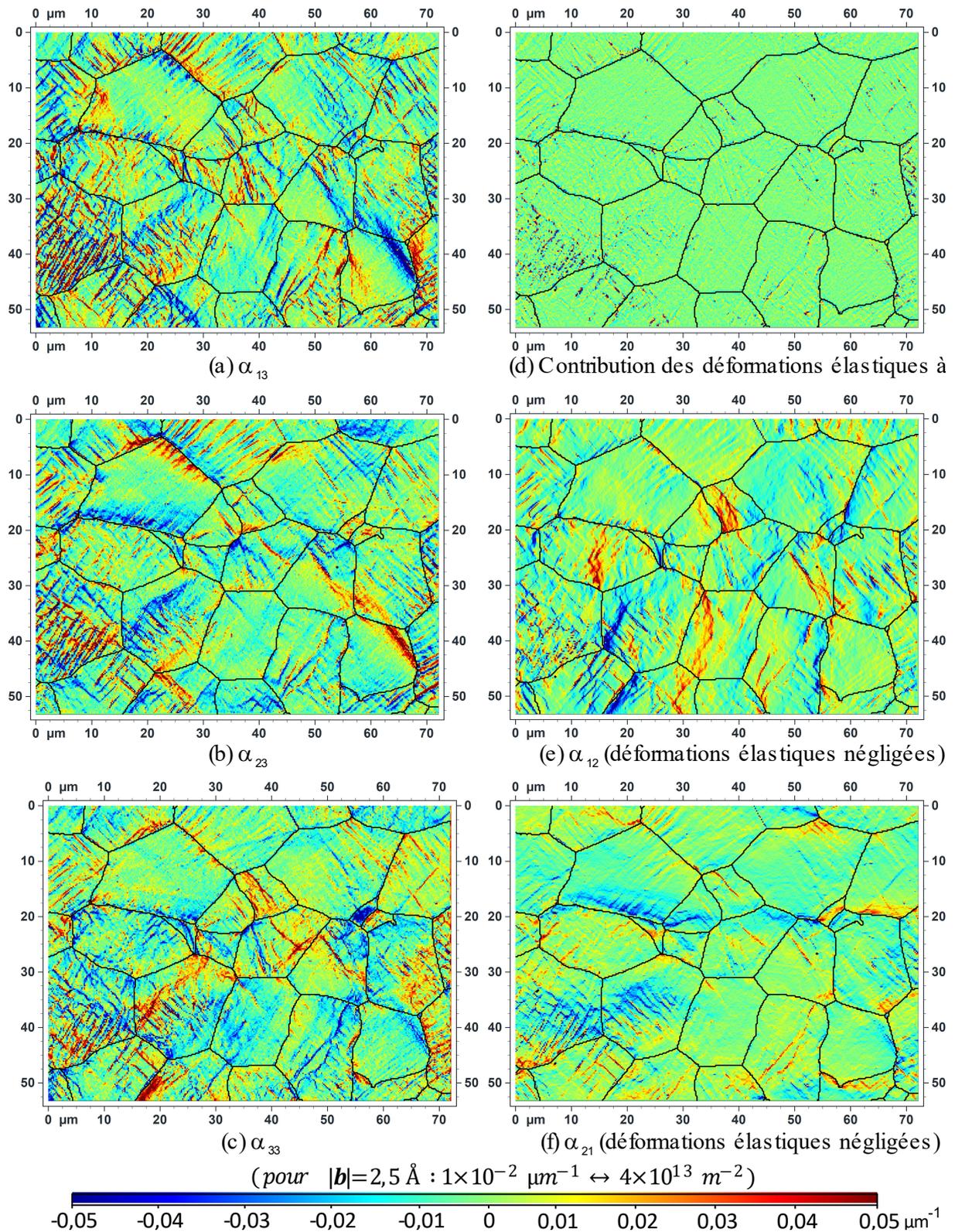


Figure V.9. (a, b, et c) Composantes α_{13} , α_{23} , α_{33} du tenseur de Nye calculées en prenant en compte la déformation élastique. (d) Contribution des déformations élastiques à la composante α_{13} du tenseur de Nye. (e, f) Composantes α_{12} , α_{21} du tenseur de Nye calculables en négligeant la contribution des déformations élastiques.

Comme avec l'acier ODS, l'apport de la méthode proposée est particulièrement visible concernant la norme du tenseur de Nye (Figure V.8d). Elle est calculée à partir des différentes composantes du tenseur de Nye illustrées sur la Figure V.9. La colonne de gauche montre les composantes α_{i3} ($i = \llbracket 1 ; 3 \rrbracket$), lesquelles sont entièrement connues. La contribution des déformations élastiques y est minime comme l'illustre la Figure V.9d en prenant α_{13} pour exemple. Il est donc raisonnable de calculer les composantes α_{12} et α_{21} (Figure V.9e,f) en négligeant la déformation élastique.

Une initialisation de l'homographie basée sur l'indexation conduit aux mêmes résultats mis à part que l'algorithme IC-GN diverge ou bien converge vers un optimum local ostensiblement erroné dans certaines régions. Ces dernières sont clairement visibles sur la Figure V.8e, qui représente la désorientation intra-granulaire obtenue par HR-EBSD suite à cette stratégie d'initialisation. En dehors des joints de grains, les pixels noirs correspondent aux points de la carte d'orientation pour lesquels l'algorithme IC-GN ne converge toujours pas après 1000 itérations. Ce constat a motivé le développement de la méthode de pré-recalage des clichés par corrélation croisée globale comme expliqué dans la section III.2.1.2, où la Figure III.3 prend un grain extrait de ce jeu de donnée comme exemple

Enfin, une image FSD est présentée sur la Figure V.8f et peut-être comparée qualitativement aux cartes de désorientation. Elle est cette fois calculée par ATEX-software [90] en intégrant les intensités des clichés brut, de la même manière qu'un détecteur FSD en pratique. Pour cela, trois régions réparties dans le tiers inférieur des clichés sont considérées et associées respectivement à une couleur (bleu, vert et rouge), comme illustré sur la Figure I.4b.

V.2.3. Comparaison des trois stratégies d'initialisation

Les trois stratégies d'initialisation utilisées dans le cadre de cette application sont maintenant comparées en matière de vitesse de convergence de l'algorithme IC-GN, de résidus et d'écart angulaire entre l'estimation initiale et la solution.

V.2.3.1. Influence sur les résidus initiaux et finaux

Pour rappel, les résidus sont les différences d'intensité entre la région d'intérêt (RdI) de référence et la RdI cible. Ils sont définis par l'équation (III.10) dans le cadre d'une corrélation normalisée à zéro. Leur valeur est rendue plus facilement interprétable en les multipliant par $\sqrt{N-1}$, où N est le nombre de points contenus dans la RdI. Les résidus ont ainsi une moyenne nulle avec un d'écart-type de 1.

Pour chacun des $\sim 79\,000$ points de la carte analysée, la valeur moyenne

$$\mu = \sum_{i=1}^N |\delta(\mathbf{X}^{(i)})| \quad (\text{V.10})$$

et l'écart type

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (|\delta(\mathbf{X}^{(i)})| - \bar{\delta})^2}, \quad (\text{V.11})$$

des résidus absolus sont enregistrés au début (résidus initiaux) et à l'issue de l'algorithme IC-GN (résidus finaux). Pour chacune des trois stratégies d'initialisation, Les distributions de la moyenne μ des résidus initiaux et finaux sont respectivement tracées en pointillés et en traits pleins sur la [Figure V.10b](#). Les distributions des écarts-types ne sont pas représentées car elles suivent une tendance très similaire.

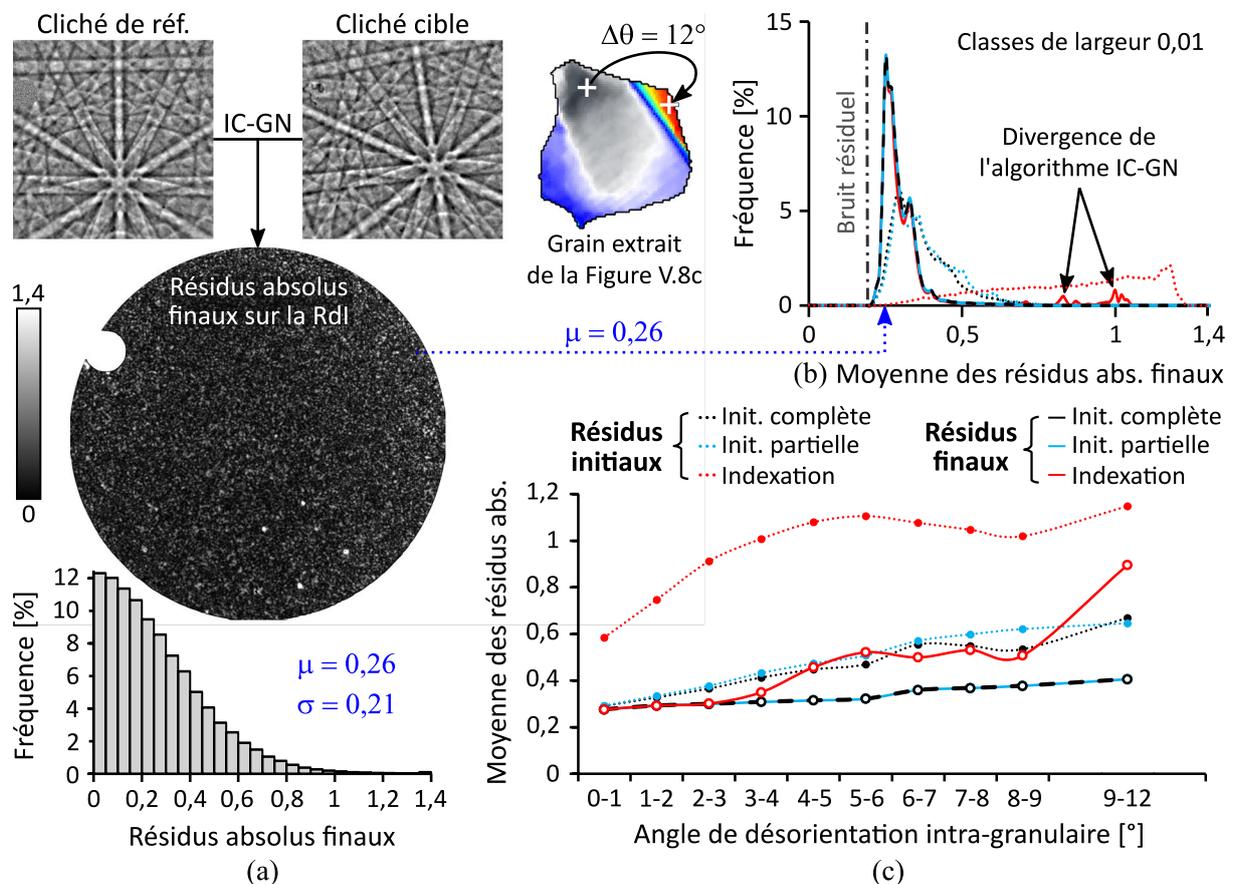


Figure V.10. (a) Image des résidus absolus finaux ainsi que leur distribution pour l'un des points les plus désorienté de la carte ($\Delta\theta \approx 12^\circ$) dans le cas où l'homographie est initialisée de manière complète à partir des mesures par corrélation croisée globale. (b) Distribution de la moyenne des résidus absolus initiaux et finaux pour différentes stratégies d'initialisation. (c) Moyenne des résidus absolus en fonction de l'angle de désorientation intra-granulaire.

L'initialisation partielle ou complète de l'homographie par la méthode de pré-recalage proposée conduits à des résidus finaux identiques ([Figure V.10b,c](#)). Les résidus finaux sont plus élevés suite à une initialisation basée sur l'indexation (rouge)

en raison des cas de divergence de l'algorithme IC-GN. Ils expliquent les légers pics aux alentours de 0,8 et 1 dans la distribution de la moyenne, comme indiqué par des flèches sur la [Figure V.10b](#). Dans tous les cas, la moyenne des résidus absolus finaux est toujours supérieure à 0,2. Ceci est imputable au bruit dans les images. En effet, la [Figure V.10a](#) montre les résidus absolus finaux entre deux des clichés les plus désorientés de la carte. Ils ne révèlent aucun désalignement particulier entre les RdI recalées par l'algorithme IC-GN tandis que leur valeur moyenne (0,26) est représentative du jeu de donnée, comme l'indique la flèche bleue vers la [Figure V.10b](#).

Concernant la moyenne des résidus absolus initiaux (courbes en pointillés sur la [Figure V.10c](#)), elle est deux fois plus faible pour la méthode de pré-recalage proposée (bleu et noir) que suite à une initialisation basée sur l'indexation (rouge). L'initialisation partielle de l'homographie conduit à des résidus absolus initiaux ayant une moyenne plus élevée qu'avec une initialisation complète, ce qui est cohérent avec la meilleure prise en compte des effets de la projection gnomonique par cette dernière.

V.2.3.2. *Ecart angulaire entre l'estimation initiale et la solution*

La solution vraie étant inconnue, les rotations du cristal déterminées par HR-EBSD suite à une initialisation complète de l'homographie sont prises comme référence. Comme évoqué précédemment, cette initialisation conduit en effet aux résidus finaux les plus faibles.

La [Figure V.11a](#) montre la distribution de la différence entre l'angle de désorientation estimé par l'indexation basée sur la transformée de Hough (rouge) ou par la méthode de pré-recalage proposée (gris) avec celui déterminé par HR-EBSD. Ces deux approches estiment l'angle de désorientation avec une erreur ayant un écart-type de respectivement $0,44^\circ$ et $0,22^\circ$. Si les résultats de l'indexation sont centrés sur la solution, la méthode de pré-recalage a ici tendance à surestimer l'angle de désorientation de $\sim 0,1^\circ$ en moyenne. D'après la [Figure V.11b](#) qui trace la distribution des écarts angulaires sur chacune des composantes de rotations, cette surestimation semble avant tout concerner la rotation w_2 (trait plein bleu). Cela est cohérent avec les résultats de la validation numérique ([Figure IV.3a](#)), où la méthode de pré-recalage commettait en général une erreur plus grande sur w_2 en raison de la dissymétrie des effets de la projection gnomonique à l'échelle du cliché.

Si l'indexation basée sur la transformée de Hough parvient à déterminer l'angle de désorientation de manière relativement satisfaisante, ce n'est pas le cas de l'axe de

désorientation comme le montre la [Figure V.11b](#). Les écarts angulaires sur les rotations sont en effet plus dispersés, l'écart-type étant de $\sim 1,1^\circ$ pour les trois composantes. A l'inverse, la méthode de pré-recalage conserve une dispersion sur les rotations similaire à celle sur l'angle de désorientation. Les écarts angulaires sur les rotations w_1 , w_2 et w_3 ont en effet un écart-type valant respectivement $0,21^\circ$, $0,28^\circ$ et $0,22^\circ$.

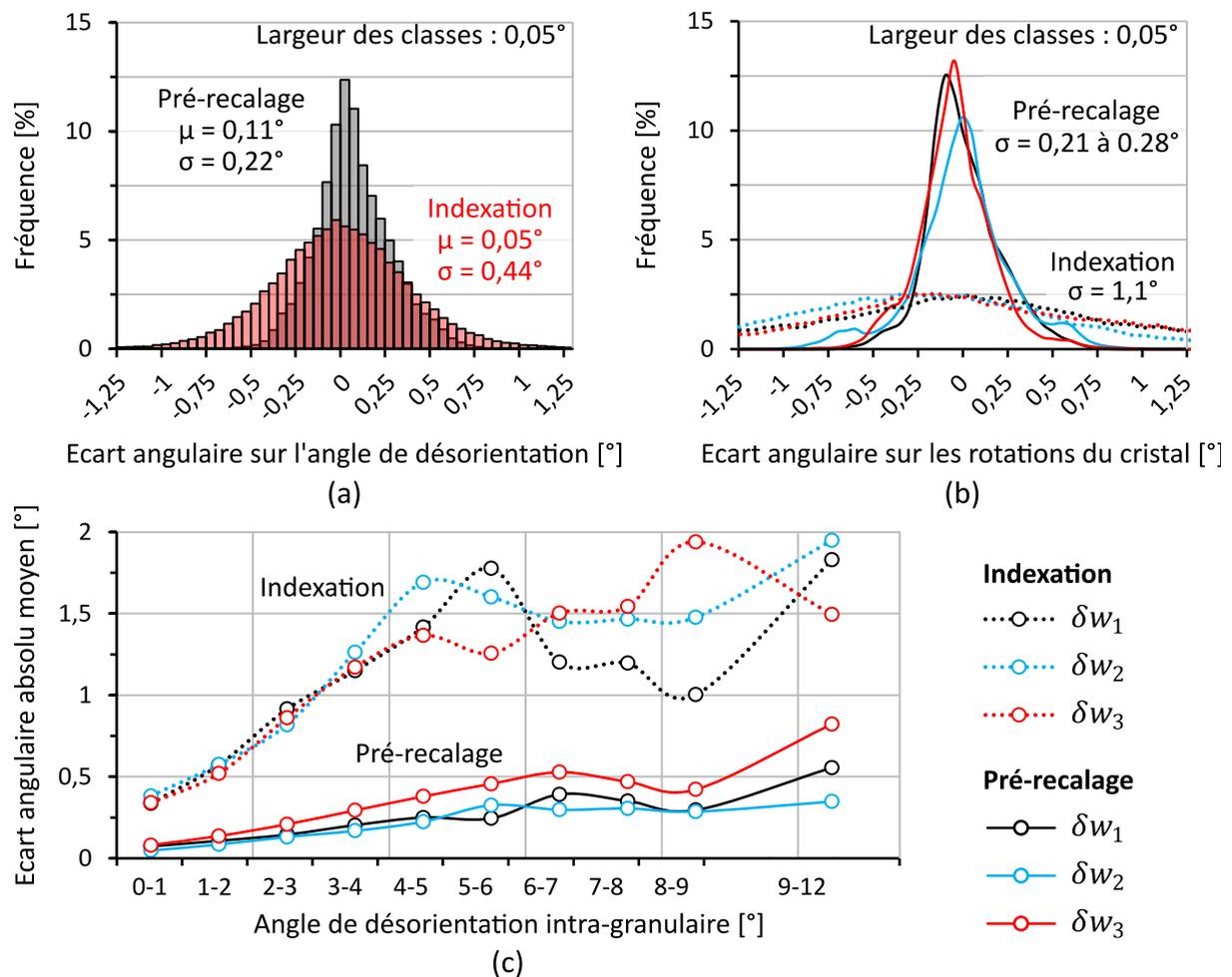


Figure V.11. (a) Distribution de l'angle de désorientation entre l'estimation initiale et la solution. (b) Distributions des écarts δw_i sur les composantes de rotations entre l'estimation initiale et la solution. (c) Valeur moyenne des écarts absolus $|\delta w_i|$ en fonction de l'angle de désorientation.

Le [Chapitre IV](#) a montré que les performances de la méthode de pré-recalage varient avec l'angle de désorientation ([§IV.2.4](#)). L'erreur moyenne sur chaque composante de rotation est donc tracée en fonction de l'angle de désorientation intra-granulaire sur la [Figure V.11c](#). Les points où la désorientation intra-granulaire est comprise entre 9 à 12° étant relativement peu nombreux, ils sont regroupés dans la même classe. Les résultats sont très similaires à ceux obtenus lors de la validation numérique ([Figure IV.3](#)). L'erreur est en effet inférieure à $0,25^\circ$ aux petites désorientations ($< 3^\circ$) puis augmente avec l'angle de désorientation tout en restant

essentiellement inférieure à $0,5^\circ$. Les écarts angulaires importants observés dans le cas de l'indexation expliquent la sensibilité réduite sur les densités de GND calculées à partir de ces rotations (Figure V.8b).

V.2.3.3. Conséquences sur la vitesse de convergence de l'algorithme IC-GN

La Figure V.12a montre la distribution du nombre d'itérations pour chacune des trois stratégies d'initialisation. Comparées à l'initialisation complète de l'homographie, l'initialisation partielle et l'initialisation basée sur l'indexation nécessitent respectivement $\sim 11\%$ et $\sim 96\%$ d'itérations supplémentaires. Le coût numérique de la méthode de pré-recalage est donc compensé dans cet exemple. Ces valeurs sont obtenues en excluant les cas nécessitant plus de 200 itérations, lesquels représentent $0,5\%$ des points de la carte lorsque la méthode de pré-recalage est utilisée et $7,4\%$ dans le cas d'une initialisation basée sur l'indexation. De cette manière, l'initialisation basée sur l'indexation n'est pas pénalisée par les points où l'algorithme IC-GN converge très lentement voire diverge.

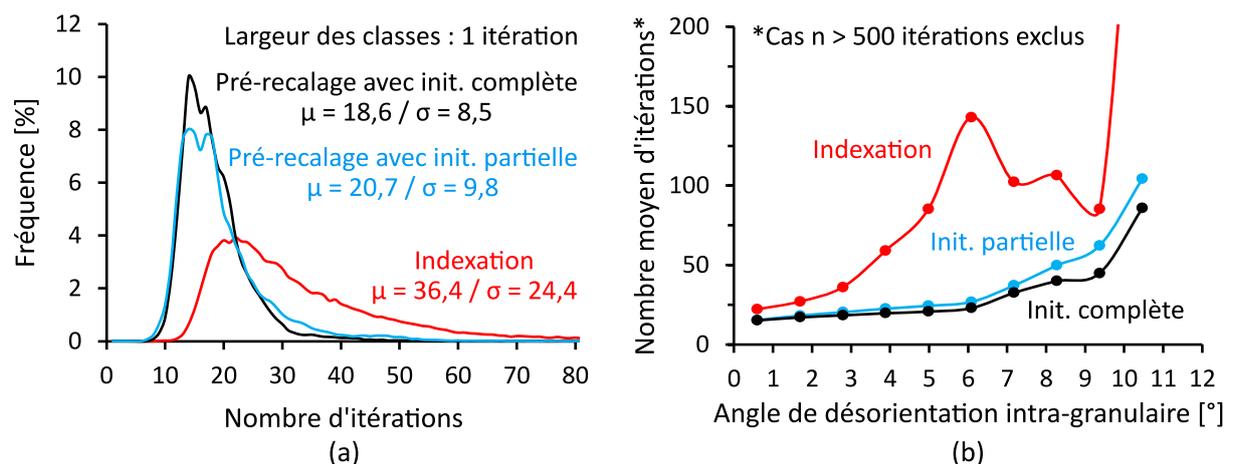


Figure V.12. (a) Distribution du nombre d'itérations pour chaque stratégie d'initialisation. Les cas où $n > 200$ itérations sont exclus du calcul de la moyenne μ et de l'écart-type σ . (b) Nombre moyen d'itérations en fonction de l'angle de désorientation intra-granulaire (cas $n > 500$ itérations exclus).

Dans les trois cas, le nombre moyen d'itérations augmente avec l'angle de désorientation intra-granulaire (Figure V.12b). Ces résultats sont corrélés à la moyenne des résidus absolus initiaux (Figure V.10c). Suite à une initialisation basée sur l'indexation, l'algorithme IC-GN diverge pour la quasi-totalité des points à partir de 9° de désorientation. La méthode de pré-recalage assure ici une convergence raisonnable de l'algorithme IC-GN pour l'ensemble de la plage de désorientation étudiée. Il faut néanmoins noter que dans les cas où la désorientation atteint 12° , la rotation est principalement portée par w_3 ($\sim 9^\circ$).

V.3. Déformations élastiques dans des semi-conducteurs

Alors que les exemples précédents sont essentiellement centrés sur la mesure des rotations du cristal pour le calcul des densités de GND, cette section se focalise sur la mesure des déformations élastiques. Des déformations de l'ordre du pourcent associées au désaccord paramétrique entre un substrat de silicium et une couche enrichie en germanium sont d'abord mesurées par HR-TKD on-axis. Un monocristal de GaN contenant des domaines désorientés de l'ordre du dixième de degré du fait de la présence de dislocations débouchantes est ensuite analysé par HR-EBSD.

V.3.1. Couche de $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$ en épitaxie caractérisée par TKD on-axis

V.3.1.1. Echantillon, paramètres d'acquisition et d'analyse

La [Figure V.13a](#) est une observation FSD d'une lame mince de silicium. Elle contient une couche de $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$ obtenue par épitaxie suivant sa direction longitudinale (trait en pointillés rouges). La couche enrichie en germanium mesure 28,5 nm de largeur et l'interface avec le cristal de silicium est perpendiculaire à la direction [001] de ce dernier comme le montre le schéma d'une maille sur la [Figure V.13b](#).

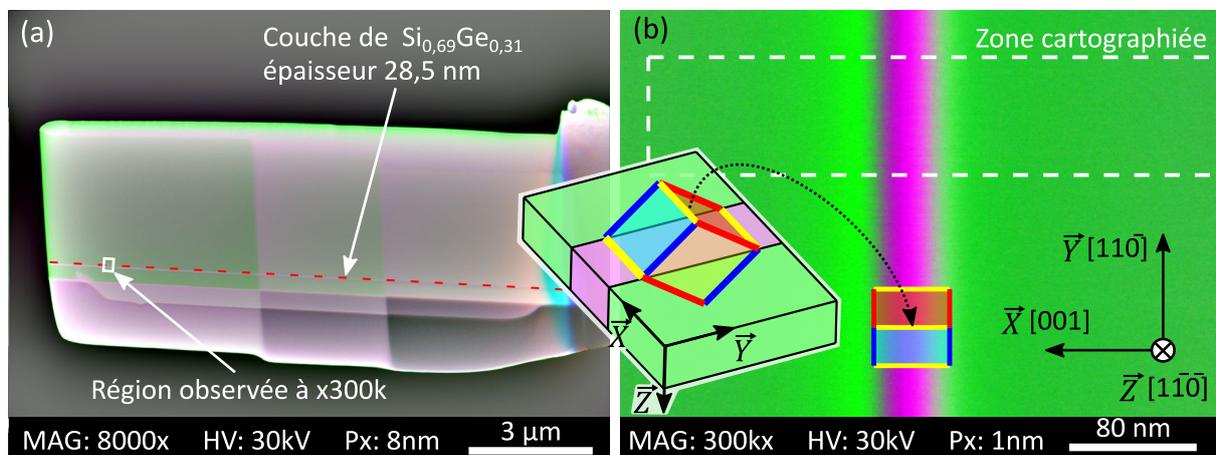


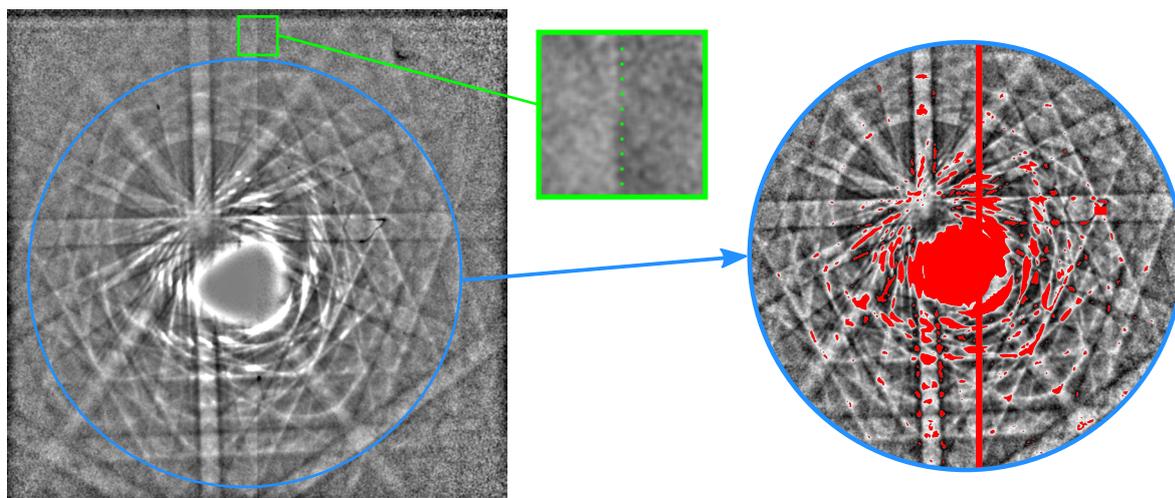
Figure V.13. (a) Image FSD de la lame mince de silicium et (b) observation à x300 000 de la couche enrichie en germanium.

Le [Tableau V.3](#) détaille les paramètres d'acquisition de la carte TKD on-axis délimitée par un trait en pointillés blancs sur la [Figure V.13b](#). La couche est observée avec un pas de 3 nm à un grandissement de $\times 300\,000$. Afin d'optimiser la résolution spatiale latérale, un faible courant de sonde est utilisé. La zone analysée est également située dans la région la plus fine de l'échantillon, laquelle apparaît en vert sur le contraste FSD ([Figure V.13a](#)). A noter que la mise au point dans un monocristal étant

délicate, l'échantillon est très proche de la pièce polaire (moins de 2 mm) dans l'éventualité où le faisceau d'électron serait légèrement divergent.

Configuration TKD on-axis	
Distance de travail (<i>WD</i>)	1,70 mm
Distance échantillon-détecteur (<i>DD</i>)	23,85 mm
Inclinaison de l'échantillon	0°
Inclinaison du détecteur	0,025° (par rapport à l'horizontale)
Zone cartographiée	
Grandissement	×300 000
Pas de mesure	3 nm
Taille de la carte	0,373×0,077 μm ² (12 096 points)
Paramètres d'acquisition des clichés	
Tension d'accélération	30 kV
Courant de sonde	1,25 nA (ouverture centrale de 60 μm)
Résolution des clichés	1200×1200 pixels (taille de pixel : 20 μm)
Temps d'exposition	120 ms
Nombres d'images moyennées	1

Tableau V.3. Paramètres d'acquisition de la carte d'orientation par TKD on-axis dans la lame mince de silicium contenant une couche de Si_{0,69}Ge_{0,31}.



(a) Cliché de référence filtré

(b) Région d'intérêt de rayon 521 pixels

Figure V.14. (a) Cliché de référence filtré et (b) région d'intérêt de référence durant l'algorithme IC-GN.

Des clichés de 1200×1200 pixels sont acquis en 120 ms sans moyenner. Pour le filtrage, le filtre passe-haut logarithmique et le filtre gaussien ont respectivement une taille de 71 pixels et un rayon de 2 pixels (Figure V.14a). Le masque contient une étroite bande verticale au centre du cliché. Elle cache la séparation entre les parties gauche et droite du capteur dont la balance de blanc est légèrement différente (détail encadré en vert). Le réglage de la balance de blanc est fait manuellement dans le logiciel Bruker

ESPRIT 1.9. La forte dynamique des clichés TKD on-axis le rend délicat. L'algorithme IC-GN est appliqué en considérant une région circulaire de rayon 521 pixels centré sur $\mathbf{X}_0 = [568 \ 670]^T$ (Figure V.14b).

V.3.1.2. Résultats

Les déformations élastiques sont exprimées dans le repère (X, Y, Z) attaché à l'échantillon, dont les directions X et Y sont colinéaires aux directions $[001]$ et $[1\bar{1}0]$ du cristal de $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$. La Figure V.15a présente les résultats de la thèse de Armand Béché [133], où un échantillon similaire est caractérisé par nano diffraction (*NBED : NanoBeam Electron Diffraction*) dans un microscope électronique en transmission. Au centre de la couche enrichie en germanium, la déformation ε_{xx} atteint $\sim 2\%$ ce qui est en accord avec la valeur théorique de $2,1\%$, le silicium et le germanium ont pour paramètre de maille $a_{\text{Si}} = 0,5431$ nm et $a_{\text{Ge}} = 0,5657$ nm. Le paramètre de la maille de $\text{Si}_{x-1}\text{Ge}_x$ est calculé comme suit [134] :

$$a_{\text{SiGe}}(x) = a_{\text{Si}} + 0,02005 \cdot x + 0,00263 \cdot x^2. \quad (\text{V.12})$$

Il vaut $a_{\text{SiGe}} = 0,5495$ pour $x = 0,31$ ce qui conduit à un désaccord paramétrique de $0,012$ par rapport au substrat, d'après la relation suivante :

$$f = \frac{a_{\text{SiGe}} - a_{\text{Si}}}{a_{\text{Si}}}. \quad (\text{V.13})$$

Comme le montre l'image FSD de la lame mince (Figure V.13a), l'épaisseur du substrat peut être considérée comme infiniment grande devant celle de la couche enrichie en germanium. La déformation théorique $\varepsilon_{xx}^{\text{th}}$ mesurée au centre de la couche de $\text{Si}_{x-1}\text{Ge}_x$ par rapport à un point non-contraint du substrat est calculée comme suit (voir l'annexe C.2 dans [133]) :

$$\varepsilon_{xx}^{\text{th}} = \frac{f}{C_{11}^{\text{SiGe}}} (2C_{12}^{\text{SiGe}} + C_{11}^{\text{SiGe}}). \quad (\text{V.14})$$

Elle vaut ici $2,10\%$ en considérant les constantes de raideur $C_{11}^{\text{SiGe}} = 154,24$ GPa et $C_{12}^{\text{SiGe}} = 59,06$ GPa déterminées à partir des relations suivantes [135] :

$$C_{11}^{\text{SiGe}} = 165,8 - 37,3 \cdot x \quad \text{et} \quad C_{12}^{\text{SiGe}} = 63,9 - 15,6 \cdot x. \quad (\text{V.15})$$

Malgré les temps d'exposition relativement faibles et le fait que la haute tension ait été appliquée plusieurs heures avant la mesure, la dérive du faisceau demeure extrêmement importante. Bien que verticale sur l'image FSD, la couche de $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$ apparaît inclinée de près de 45° sur la carte de déformation ε_{xx} obtenue par HR-TKD on-axis (Figure V.15c). Un profil de 280 nm de long est extrait de chacune des cartes de déformation élastique. Ils sont regroupés sur la Figure V.15b. La méthode étant insensible à la dilatation hydrostatique, ε_{zz} n'est pas tracé, la normale au scintillateur étant quasiment identique à la normale de l'échantillon.

La valeur maximale de ϵ_{xx} mesurée par HR-TKD on-axis vaut 1,23%. C'est près de la moitié de la valeur théorique. Plusieurs raisons peuvent cependant justifier cet écart comme détaillé par la suite (§V.3.1.3). Concernant les composantes de cisaillement, ϵ_{xy} reste quasi nulle le long du profil, les valeurs extrêmes étant -4×10^{-4} et 2×10^{-4} . Comme l'ont souligné Alkorta et al. [136], cette composante n'est pas affectée par l'incertitude sur la calibration contrairement à ϵ_{xz} et ϵ_{yz} . Pour ces dernières, des déformations virtuelles de l'ordre de x^*/DD , où x^* est l'incertitude sur la position du PC, sont possiblement présentes. La méthode de calibration utilisée a une incertitude typique de 0,5% de la largeur de l'image sur la position du PC [51], soit 6 pixels. Comme $DD \approx 1200$ pixels ($23,85 \times 1000 / 20$), les déformations élastiques irréelles peuvent atteindre 5×10^{-3} . Si les déformations élastiques ne peuvent pas être quantifiées de manière précise dans cette application, les profils obtenus par HR-TKD on-axis apparaissent nettement moins bruités que ceux réalisés par NBED. Cette différence sera abordée plus en détail durant la discussion (§V.5).

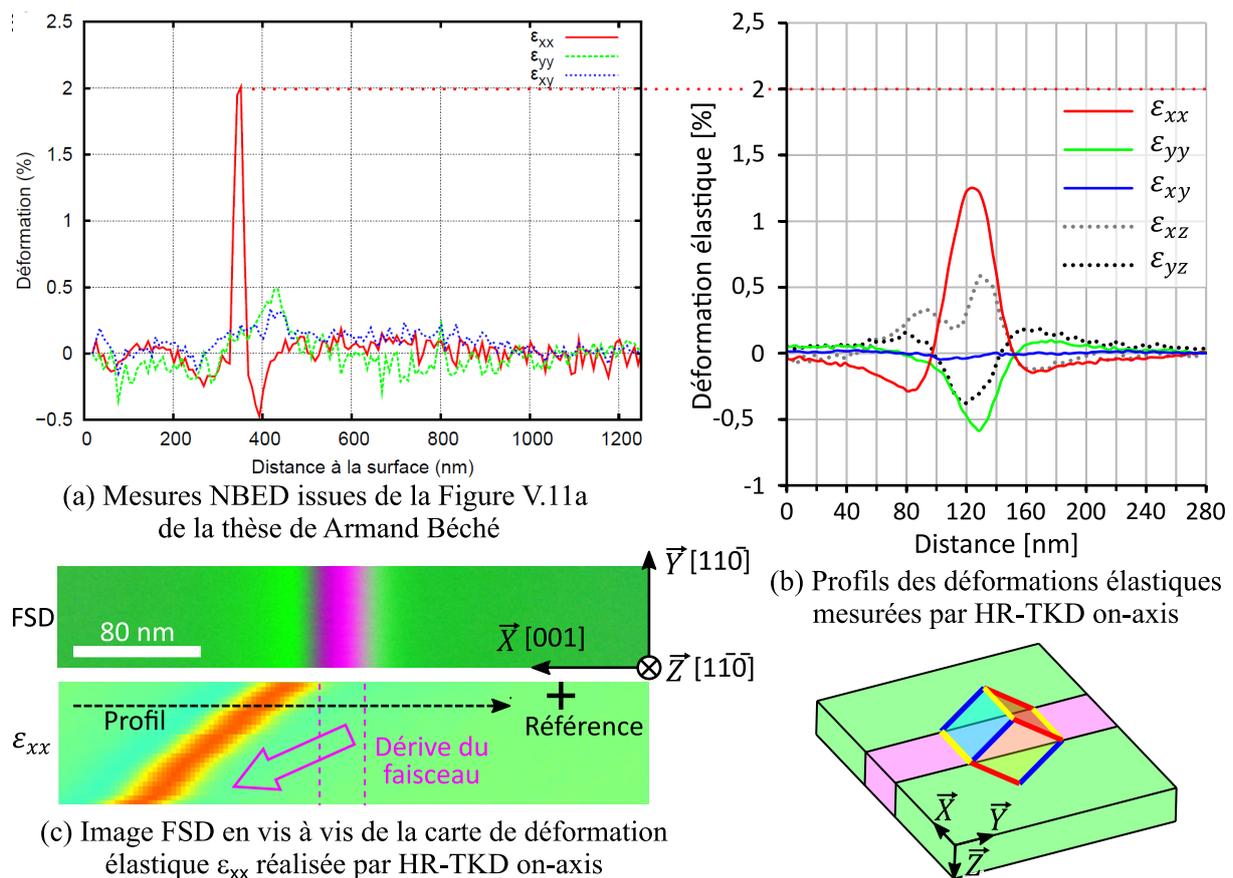


Figure V.15. Comparaison des mesures par (a) NBED [133] et par (b) HR-TKD on-axis des d formations  lastiques li es au d saccord param trique entre un substrat de silicium et une couche de $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$. (c) Illustration de la d rive du faisceau par comparaison de l'image FSD et de la carte de d formation  lastique ϵ_{xx} .

V.3.1.3. Des résultats préliminaires

L'échantillon analysé a été développé pour la validation des mesures de déformations élastiques par la technique NBED. Une déformation mesurée par cette technique ([Figure V.15a](#)) correspond à la moyenne des déformations sur toute l'épaisseur de la lame. La taille de sonde étant de seulement 3 nm et l'élargissement du faisceau suivant la profondeur de la lame étant limité compte tenu de la tension d'accélération de 300 keV utilisée [133], cette technique parvient à retrouver la valeur théorique de 2,10% pour ε_{xx} (équation (V.14)). Il n'en est pas de même pour les mesures HR-TKD on-axis ([Figure V.15b](#)), qui présentent un certain biais.

D'une part, la valeur théorique a été calculée pour un échantillon massif, or les mesures sont effectuées sur une lame mince en diffraction électronique en transmission. Il est d'autant plus important de prendre en compte la relaxation des contraintes au voisinage des surfaces libres de la lame mince que la technique TKD est sélective en profondeur (§1.2.2). En effet, à 30keV, le signal de diffraction provient d'une couche d'environ 65 nm d'épaisseur pour du silicium et de 30 nm pour du germanium [19]. Elle est située au niveau de la surface libre de sortie du faisceau d'électron, c'est-à-dire là où les effets de la relaxation sont les plus marqués.

Outre la relaxation de contrainte, la résolution spatiale latérale physique de la technique TKD doit également être prise en compte. La tension d'accélération étant dix fois plus faible que celle des mesures NBED, le faisceau s'élargit de manière significative en traversant l'échantillon. Ceci explique que le pic fasse environ 50 nm de large sur la [Figure V.15b](#) alors que l'épaisseur de la couche enrichie en germanium n'est que de 28,5 nm. La résolution spatiale latérale physique de la technique TKD on-axis est de l'ordre de la dizaine de nanomètres [17,18]. Pour un matériau donné, elle dépend de l'épaisseur de la lame mince et de la tension d'accélération utilisée. Sa connaissance précise à partir de simulations de Monte-Carlo est essentielle ici. La déformation ε_{xx} passe en effet de ~ 0 à $\sim 2\%$ (ou inversement) sur seulement ~ 14 nm de distance (moitié de la largeur de la couche enrichie).

Ainsi, pour calculer la déformation que mesure effectivement la technique TKD on-axis, il faudrait d'abord mesurer l'épaisseur de la lame mince au niveau de la zone analysée. Ensuite, les déformations élastiques le long de l'épaisseur de la couche d'où provient le signal de diffraction devraient être calculées avec des simulations numériques par la méthode des éléments finis. Enfin, il faudrait les convoluer par la taille du faisceau d'électrons sur la face de sortie. Ces étapes sont détaillées et réalisées dans la thèse de Armand Béché [133].

Pour toutes ces raisons, il est logique que la valeur maximale de ε_{xx} obtenue par HR-TKD on-axis (1,23%) soit nettement inférieure à la valeur théorique (2,10%). Ce résultat s'inscrit dans le cadre d'une étude préliminaire, laquelle a été stoppée par la crise sanitaire. La précision doit être améliorée, en réduisant notamment l'incertitude sur la géométrie de projection, comme mentionné au début de ce chapitre (§V.1.3). Si la distorsion optique est ici négligée, elle ne devrait cependant pas affecter significativement la mesure en supposant qu'elle s'apparente à une distorsion radiale typique de coefficient $K_1 = -3 \times 10^{-8}$. L'étude numérique (§IV.3) a en effet montré que l'erreur relative sur les composantes de déformation élastique est inférieure à 10% pour une déformation élastique équivalente de 1% en présence de désorientations inférieures à $0,5^\circ$ (Figure IV.9e). Enfin, il faut souligner que le microscope utilisé est peu adapté à la haute résolution spatiale. La dérive du faisceau est extrêmement marquée au point d'en affecter la mesure. Un décalage de 6 à 12 nm est observé entre chaque ligne de la carte sur la Figure V.15c bien que le temps d'acquisition d'une ligne soit inférieur à 15 secondes.

V.3.2. Monocristal de GaN

V.3.2.1. Echantillon, paramètres d'acquisition et d'analyse

Un monocristal de GaN est observé par EBSD avec un pas de 80 nm à un grandissement de $\times 14\,000$ (Tableau V.4). Les données expérimentales ont été fournies par Haithem Mansour (Oxford Instruments)

Configuration EBSD	
Distance de travail (<i>WD</i>)	15.18 mm
Distance échantillon-détecteur (<i>DD</i>)	14,53 mm
Inclinaison de l'échantillon	70°
Inclinaison du détecteur	$-4,8^\circ$ (par rapport à la verticale)
Zone cartographiée	
Grandissement	$\times 14\,000$
Pas de mesure	80 nm
Taille de la carte	$8,48 \times 6,32 \mu\text{m}^2$ (8 374 points)
Paramètres d'acquisition des clichés	
Tension d'accélération	20 kV
Résolution des clichés	1244×1024 pixels (taille de pixel : 19 μm)

Tableau V.4. Paramètres d'acquisition de la carte d'orientation par HR-EBSD dans le monocristal de GaN.

L'analyse HR-EBSD révélera que l'échantillon présente des domaines désorientés de l'ordre du dixième de degré, qui correspondent aux régions sombres et claires

visibles sur l'image FSD expérimentale (Figure V.16a). Une image FSD virtuelle est obtenue avec ATEX-software [90] à partir des clichés de diffraction (Figure V.16b). Sa résolution est plus faible car elle correspond au pas de la carte d'orientation. Elle fait également ressortir des régions sombres et claires en accord avec l'image expérimentale, ainsi que des dislocations débouchant sur la surface de l'échantillon. Ces dernières étant peu visibles, en particulier sur l'image FSD expérimentale, une image par contraste de canalisation des électrons acquise sur un échantillon similaire est proposée sur la Figure V.16c. Elle est extraite de la thèse de Haithem Mansour [137].

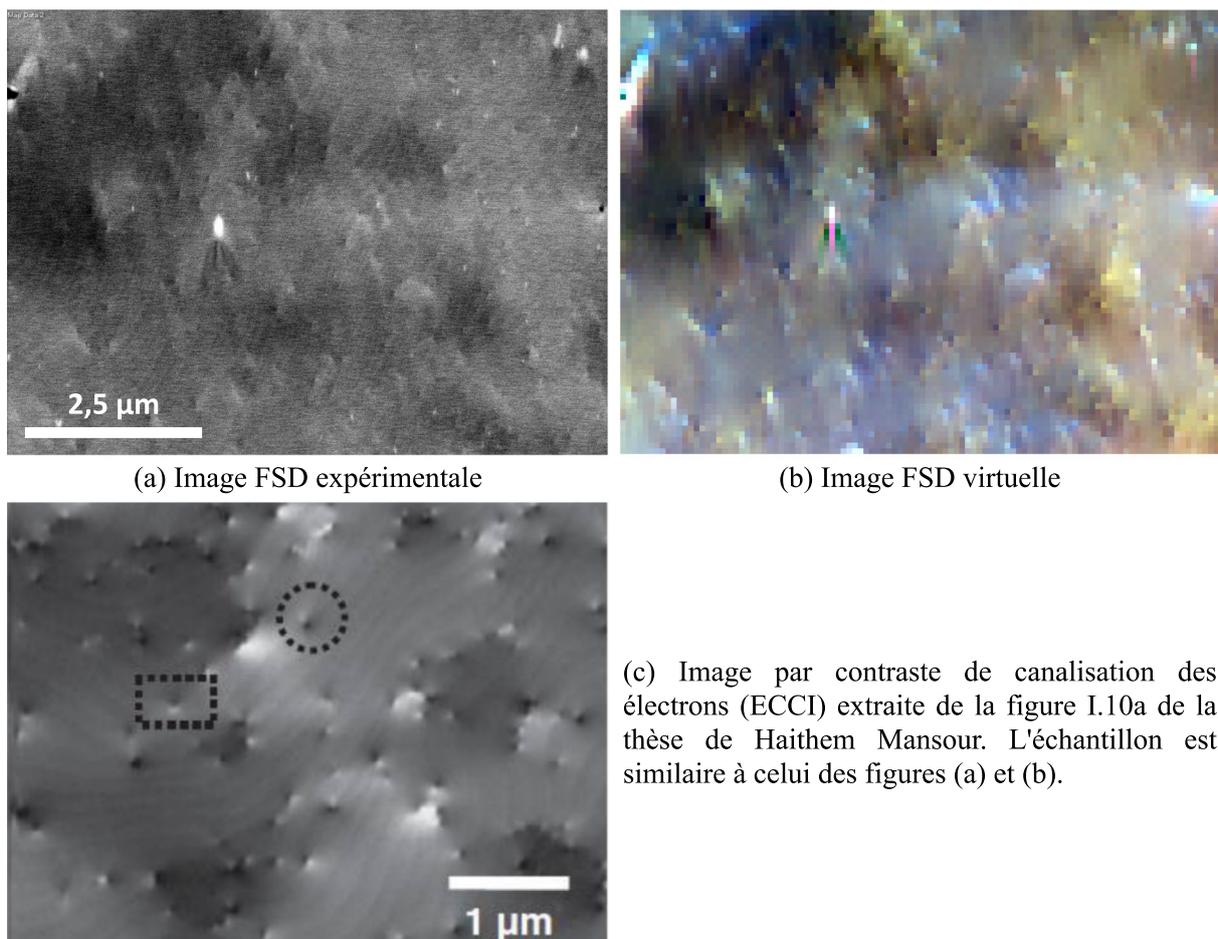
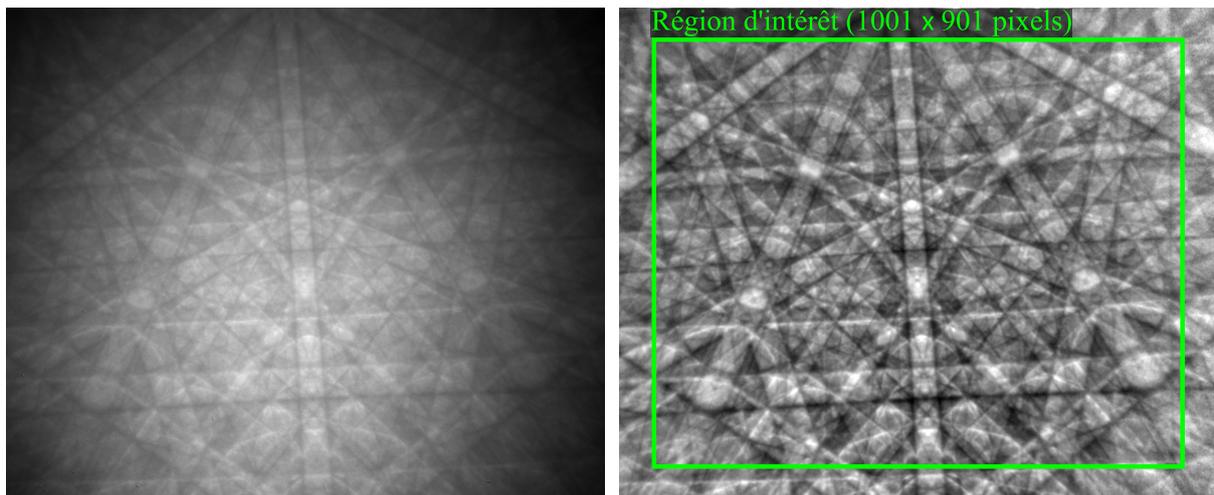


Figure V.16. Images FSD (a) expérimentale et (b) virtuelle de l'échantillon de GaN. (c) Image ECCI d'un échantillon de GaN similaire extraite de [137].

Les clichés de 1244×1024 pixels sont acquis avec une caméra Oxford Symmetry® ayant une sensibilité nettement supérieure à celle utilisée jusqu'à présent (Figure V.17a). Ils sont importés dans ATEX-software [90] où le fond continu est soustrait à partir d'une image de ce dernier avant d'appliquer un filtre gaussien de rayon 1 pixel (Figure V.17b). Les paramètres de projection en chaque point de la carte sont ceux déterminés par le logiciel AZtecHKL d'Oxford Instruments et renseignés dans les entêtes des fichiers *.tif contenant les clichés de diffraction.

L'analyse est réalisée en prenant la matrice identité comme estimation initiale de la solution. Une région d'intérêt rectangulaire de 1101×901 pixels est considérée durant l'algorithme IC-GN (Figure V.17b). La condition de traction libre de la surface ($\sigma_{33} = 0$) est appliquée afin de déterminer le tenseur complet des déformations élastiques dans le repère de l'échantillon ($\vec{X}_1^S, \vec{X}_2^S, \vec{X}_3^S$). Les valeurs des constantes d'élasticité utilisées pour le calcul sont celles mesurées par Polian et al. [138].



(a) Cliché de diffraction brut (1244 x 1024 pixels)

(b) Cliché de diffraction filtré

Figure V.17. Clichés de diffraction (a) brut et (b) filtré dans l'échantillon de GaN.

V.3.2.2. Résultats

Les cartes de déformation élastique et de rotation du cristal sont regroupées sur la Figure V.18. Les déformations élastiques étant essentiellement inférieures à 1×10^{-3} , l'absence de correction de la distorsion optique peut conduire à des erreurs relatives supérieures à 10% (§IV.3.3). La solution vraie est cependant inconnue et cette application vise avant tout à illustrer la sensibilité de la méthode.

Les composantes ε_{13} et ε_{23} sont relativement faibles. D'après les conditions d'équilibre, cela conforte la validité de l'hypothèse de traction libre sur la surface extérieure de l'échantillon. Concernant les rotations, le cristal pivote principalement autour de la normale à la surface comme le montre la carte de la rotation w_3 sur la Figure V.18d. Cette dernière met en évidence des domaines désorientés de typiquement $0,15^\circ$ autour de \vec{X}_3^S par rapport à la référence. Ils correspondent aux régions claires sur l'image FSD expérimentale (Figure V.16a). La référence étant située dans l'une des régions sombres, ces dernières apparaissent en bleu clair ou en vert clair sur la Figure V.18d, c'est-à-dire que la rotation w_3 reste proche de zéro. La désorientation est au plus de $0,2^\circ$.

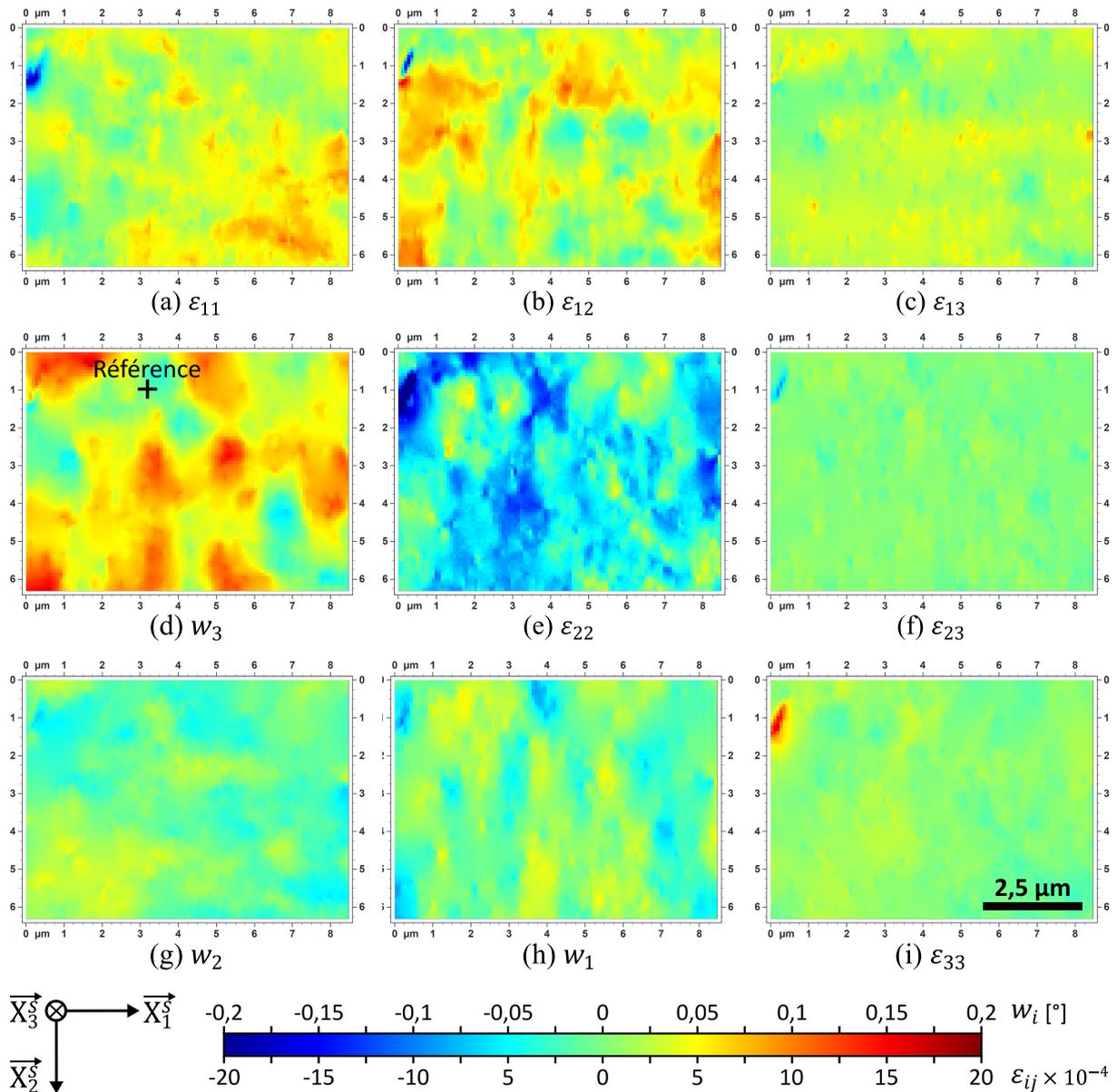


Figure V.18. Carte des composantes de déformation élastique et de rotation du cristal mesurées par HR-EBSD et exprimées dans le repère de l'échantillon de GaN.

La [Figure V.19a](#) montre la carte de la moyenne des résidus absolus initiaux obtenus lorsque la région d'intérêt cible n'est pas déformée (homographie initialisée avec la matrice identité). Les zones présentant les résidus les plus élevées coïncident avec celles où une rotation w_3 notable est mesurée ([Figure V.18d](#)).

Pour l'ensemble de la carte, l'algorithme IC-GN converge en typiquement 5 à 7 itérations (12 au maximum) et la moyenne des résidus finaux est typiquement comprise entre 0,05 et 0,01 ([Figure V.19b](#)). Pour rappel, des régions d'intérêt ayant des intensités de moyenne nulle avec un écart-type de 1 sont considérées et la moyenne des résidus absolus finaux était toujours supérieure à 0,2 pour le jeu de données de l'acier IF ([Figure V.10b](#)). La [Figure V.19c](#) montre les résidus absolus initiaux sur la

région d'intérêt en considérant l'un des points de la carte où la désorientation est la plus élevée ($\sim 0,2^\circ$). Aucun désalignement particulier n'est visible après recalage (Figure V.19c'). La caméra utilisée ne semble donc pas sujette à des distorsions optiques marquées.

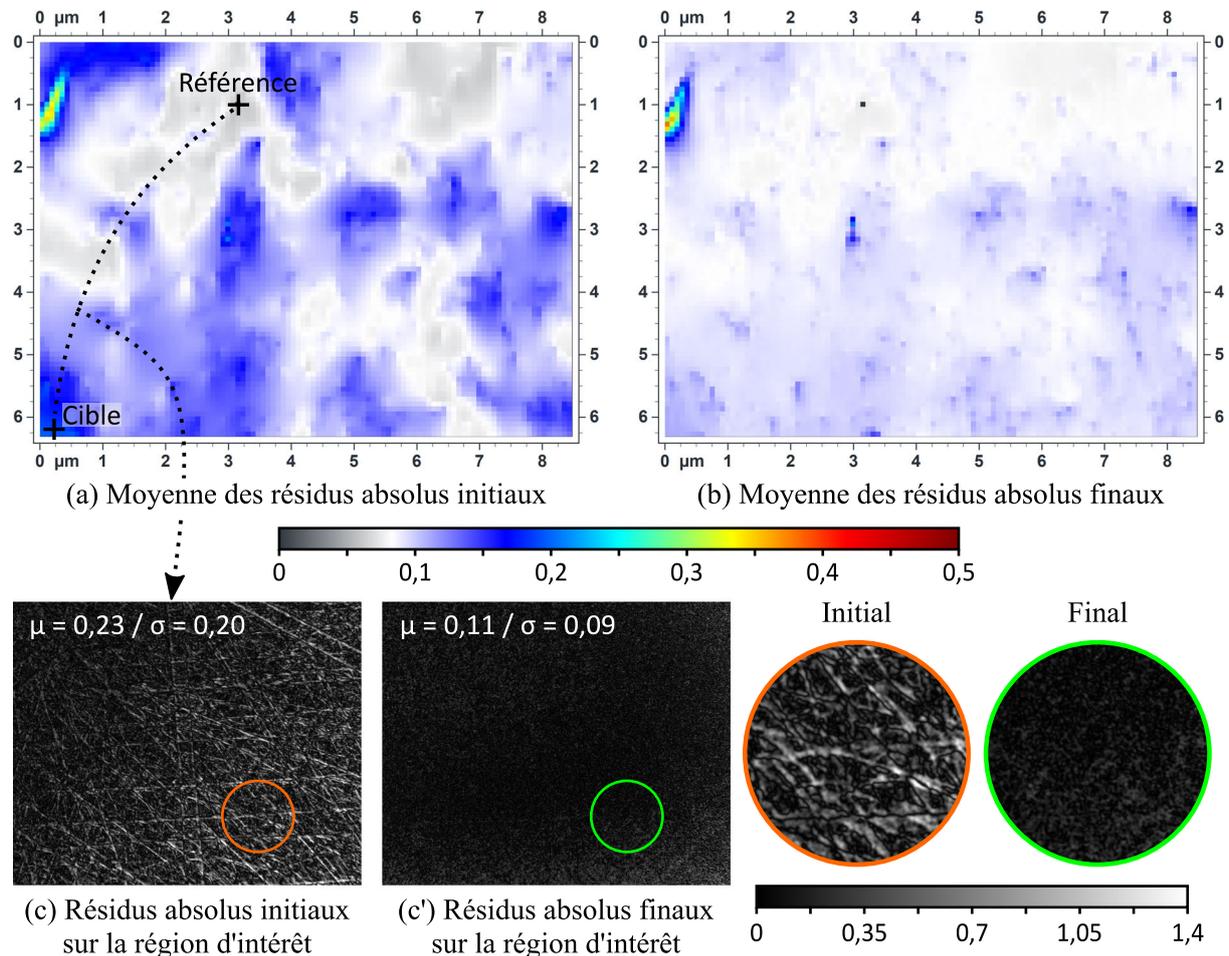


Figure V.19. Carte de la moyenne des résidus (a) initiaux et (b) finaux. (c, c') Résidus absolus de moyenne μ et d'écart type σ sur la région d'intérêt en considérant le cliché cible et le cliché de référence dont la position est indiqué par des croix noirs sur (a).

La Figure V.20 montre les densités de GND. Les composantes α_{i3} du tenseurs de Nye (Figure V.20a-c) sont entièrement connues à partir des composantes de rotation et de déformation élastique de la Figure V.18 tandis que les composantes α_{12} et α_{21} sont calculées en négligeant la déformation élastique (Figure V.20a-c). Ces deux dernières ne présentent aucun détail particulier contrairement aux composantes α_{i3} pour lesquelles certains détails sont entourés en noir. La contribution de la déformation élastique dans le calcul des densités de GND n'est ici pas négligeable, les rotations étant faibles. Afin d'illustrer cette affirmation, les composantes α_{i3} sont recalculées à partir des courbures élastiques exclusivement (Figure V.20a'-c'). Les

détails entourés précédemment deviennent moins visibles, voire disparaissent totalement pour la composante α_{23} (Figure V.20b').

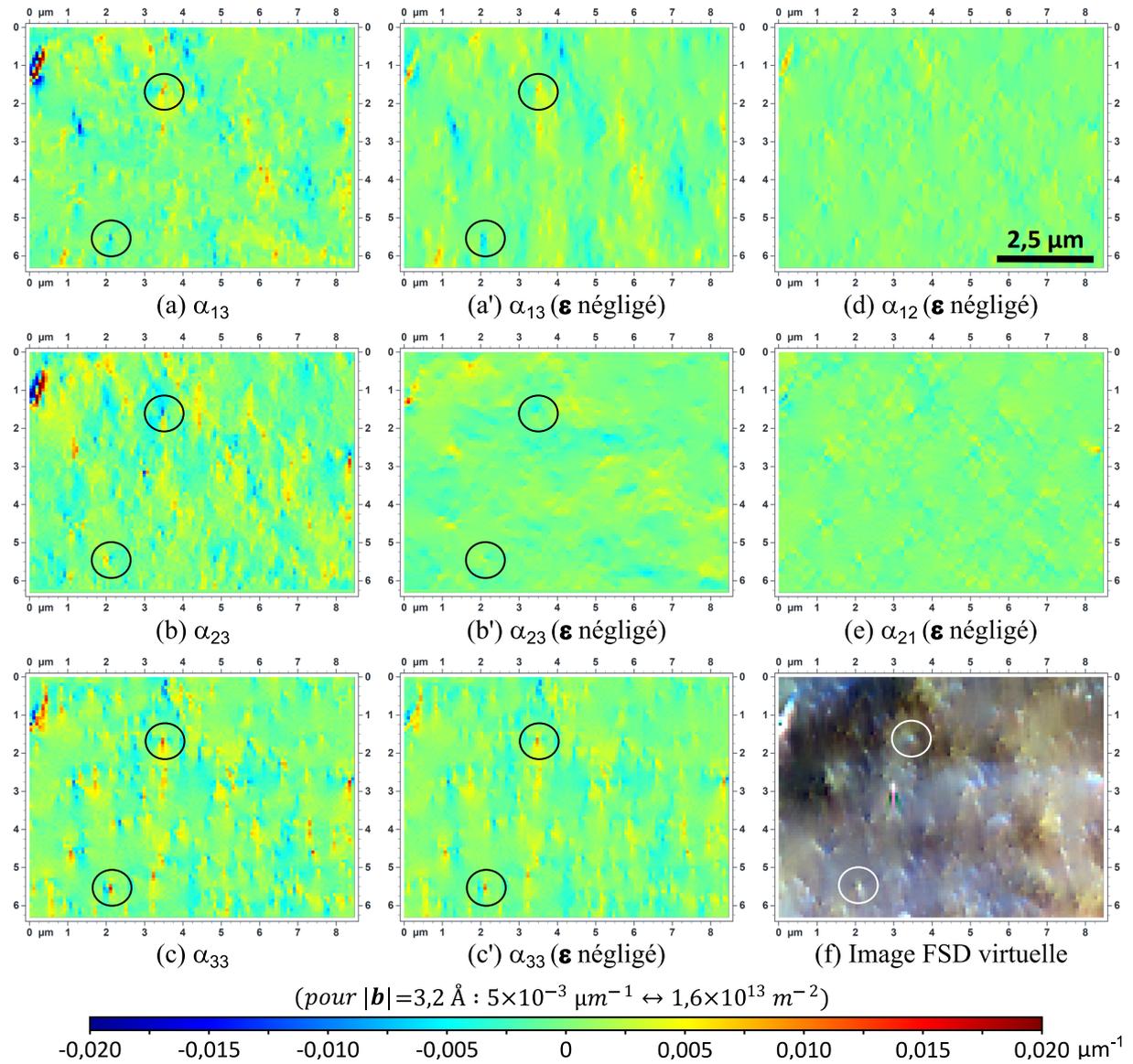


Figure V.20. Composantes α_{i3} du tenseur de Nye (a-c) avec et (a'-c') sans la contribution de la déformation élastique. Composantes (d) α_{12} et (e) α_{21} calculables à partir des mesures bidimensionnelles en négligeant la déformation élastique. (f) Image FSD virtuelle.

Enfin, cette application illustre la sensibilité de la méthode qui est ici de l'ordre de $2,5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^{-1}$ sur les densités de GND, soit environ $8 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$. Les détails entourés en noir sur les cartes de composantes α_{i3} (Figure V.20a-c) correspondent à ce qui s'apparente à des dislocations traversantes d'après l'image FSD virtuelle (Figure V.20f). Il faudrait disposer d'une carte acquise avec une meilleure résolution spatiale tout en couplant l'analyse à l'imagerie de dislocations par contraste de canalisation des électrons [139–141] afin de vérifier la pertinence des résultats.

V.4. Caractérisation d'une nanostructure déformée dans un MEB

Cette section propose un dernier exemple d'application à de l'aluminium nanocristallin obtenu par déformation plastique sévère [142]. Il s'agit de déterminer dans quelle mesure la technique HR-TKD on-axis permet d'atteindre de hautes résolutions spatiales et angulaires dans un microscope électronique à balayage. L'intérêt de l'imagerie FSD est également discuté.

V.4.1. Echantillon, paramètres d'acquisition et d'analyse

Une lame mince est obtenue par amincissement électrolytique à double jets (*twin jet polishing*) à partir d'un échantillon d'aluminium de haute pureté ayant subi dix passes d'extrusion coudée à aire égale (*ECAE : equal channel angular extrusion*).

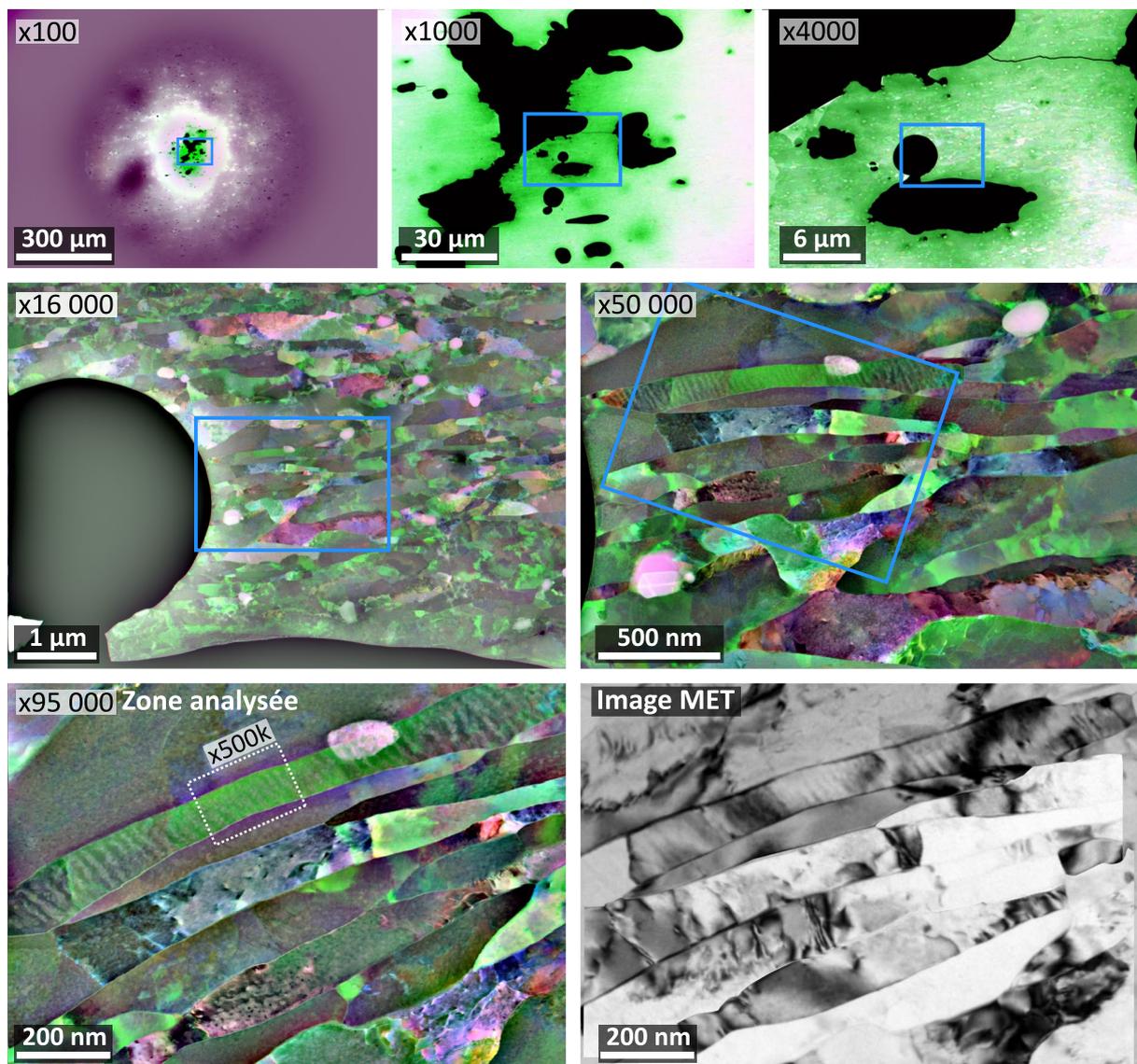


Figure V.21. Observations FSD de la lame mince à différents grossissements et comparaison à l'imagerie MET en champ clair.

Comme illustré sur la [Figure V.21](#), les images FSD permettent d'observer finement la microstructure avant l'acquisition d'une carte d'orientation. La plus petite ouverture disponible (20 μm) est sélectionnée afin d'optimiser leur netteté. Aux faibles grossissements ($\times 100$, $\times 1000$ et $\times 4000$), l'image FSD fournit principalement une information sur l'épaisseur de la lame. Les zones les plus fines apparaissent en vert tandis que les plus épaisses sont mauves. Les régions suffisamment fines pour l'acquisition d'une carte TKD sont ainsi facilement repérées. Aux grossissements plus élevés ($\times 16\ 000$ et plus), l'épaisseur de la zone observée peut être considérée comme constante. Les variations de couleurs correspondent alors essentiellement à un contraste d'orientation, le contraste chimique ne s'appliquant pas ici puisqu'il s'agit d'aluminium pur.

Une région d'environ 1,3 μm^2 est d'abord cartographiée avec un pas de 6,5 nm à un grossissement de $\times 95\ 000$. Les paramètres d'acquisition de la carte sont regroupés dans le [Tableau V.5](#). La zone analysée est composée de grains allongés de 50 à 200 nm de large et contenant des sous-joints de grain suivant leur direction transverse comme le montre les variations soudaines de couleurs sur l'observation FSD. De ce point de vue, le contraste FSD est plus facile à interpréter que l'image en champ clair dans le microscope électronique en transmission (MET) sur la [Figure V.21](#) (en bas à droite). Cette dernière image est en réalité un assemblage de plusieurs images pour différents angles d'inclinaison de l'échantillon. A noter que les images MET ont été prises après les mesures TKD on-axis, lesquelles ont contaminé la surface de l'échantillon.

Configuration TKD on-axis	
Distance de travail (<i>WD</i>)	6,9 mm
Distance échantillon-détecteur (<i>DD</i>)	18,8 mm
Inclinaison de l'échantillon	0°
Inclinaison du détecteur	0,325° (par rapport à l'horizontale)
Zone cartographiée	
Grossissement	$\times 95\ 000$
Pas de mesure	6,5 nm
Taille de la carte	1,309 \times 0,959 μm^2 (25 619 points)
Paramètres d'acquisition des clichés	
Tension d'accélération	30 kV
Courant de sonde	1,25 nA (ouverture centrale de 60 μm)
Résolution des clichés	600 \times 600 pixels (taille de pixel : 40 μm)
Temps d'exposition	95 ms
Nombres d'images moyennées	2

Tableau V.5. Paramètres d'acquisition de la carte d'orientation par TKD on-axis dans la lame mince d'aluminium à un grossissement de $\times 95\ 000$.

Un des grains présente des stries. Elles seront caractérisées en réalisant une seconde carte avec un pas de 3 nm à un grandissement de $\times 500\,000$. Les paramètres d'acquisition sont regroupés dans le [Tableau V.6](#) et la position de la zone analysée est repérée sur la [Figure V.21](#).

Configuration TKD on-axis	
Distance de travail (WD)	1,9 mm
Distance échantillon-détecteur (DD)	24,4 mm
Inclinaison de l'échantillon	0°
Inclinaison du détecteur	0,325° (par rapport à l'horizontale)
Zone cartographiée	
Grandissement	$\times 500\,000$
Pas de mesure	3 nm
Taille de la carte	0,291 \times 0,102 μm^2 (3 289 points)
Paramètres d'acquisition des clichés	
Tension d'accélération	30 kV
Courant de sonde	1,25 nA (ouverture centrale de 60 μm)
Résolution des clichés	600 \times 600 pixels (taille de pixel : 40 μm)
Temps d'exposition	25 ms
Nombres d'images moyennées	3

Tableau V.6. Paramètres d'acquisition de la carte d'orientation par TKD on-axis dans la lame mince d'aluminium à u grandissement de $\times 500\,000$.

Pour les deux cartes, les clichés ont une résolution de 600 \times 600 pixels. Ils sont filtrés de manières analogues à ceux de l'acier ODS. La [Figure V.22](#) montre le cliché de référence du grain strié après filtrage pour chacune des deux cartes. Les clichés sont pré-recalés à partir d'une région carrée de 512 \times 512 pixels. L'homographie est initialisée de manière complète et une région d'intérêt circulaire de rayon 241 pixels ($\times 95\,000$) et 211 pixels ($\times 500\,000$) est considérée durant l'algorithme IC-GN.

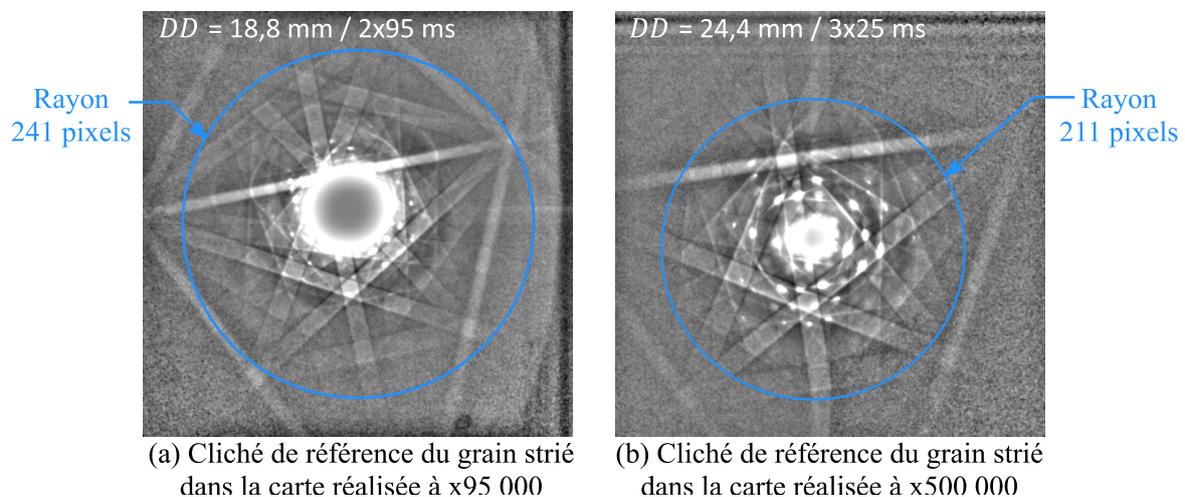


Figure V.22. Clichés de référence du grain strié pour les cartes réalisées à (a) $\times 95\,000$ et (b) $\times 500\,000$.

V.4.2. Résultats

La Figure V.23 compare les cartes de la désorientation intra-granulaire et de la norme du tenseur de Nye déterminées par HR-TKD on-axis, à celles obtenues de manière standard à partir de l'indexation basée sur la transformée de Hough.

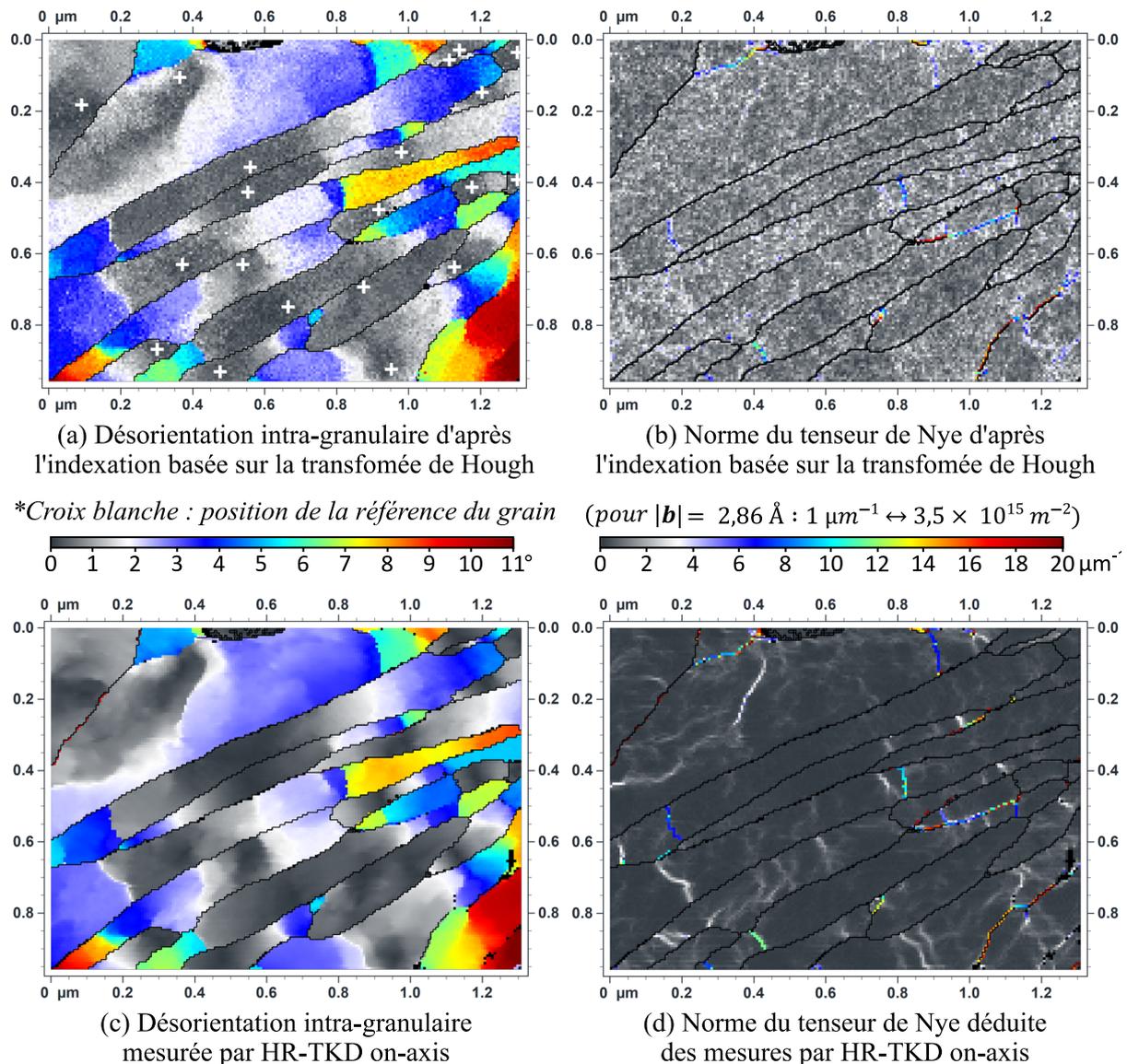


Figure V.23. (a) Désorientation intra-granulaire déduite de l'indexation par la transformée de Hough et (b) norme du tenseur de Nye correspondante. Les croix blanches indiquent la position du cliché de référence de chacun des grains (c) Désorientation angulaire d'après l'analyse HR-TKD on-axis et (d) norme du tenseur de Nye correspondante (en négligeant les déformations élastiques).

Les différences en matière de bruit et de sensibilité sur les densités de GND sont similaires à celles déjà observées lors de l'application à l'acier ODS ou à l'acier IF. La technique HR-TKD on-axis permet de quantifier les densités de GND au niveau des

sous-joints de grain mais également de visualiser l'émergence des structures de dislocations produisant de faibles désorientations ($<2^\circ$).

Le microscope électronique est désormais poussé au maximum de ses possibilités afin de caractériser le grain strié. Lorsqu'elles sont observées par FSD (Figure V.24a) ou en champ clair dans un MET (Figure V.24b), ces stries apparaissent sous forme de domaines diffus d'environ 25 nm de large. Plus particulièrement, aucune dislocation n'est visible sur l'image MET (en accord, la densité de GND obtenue par HR-TKD est nulle dans cette région sur la Figure V.23d). Des motifs similaires sont observés sur les cartes de déformation élastique déterminées par l'analyse HR-TKD on-axis. Concernant les rotations, w_1 et w_2 ne présentent pas de motifs particuliers contrairement à la rotation w_3 (Figure V.24f). Le profil indique que la sensibilité sur cette dernière est voisine de $0,01^\circ$.

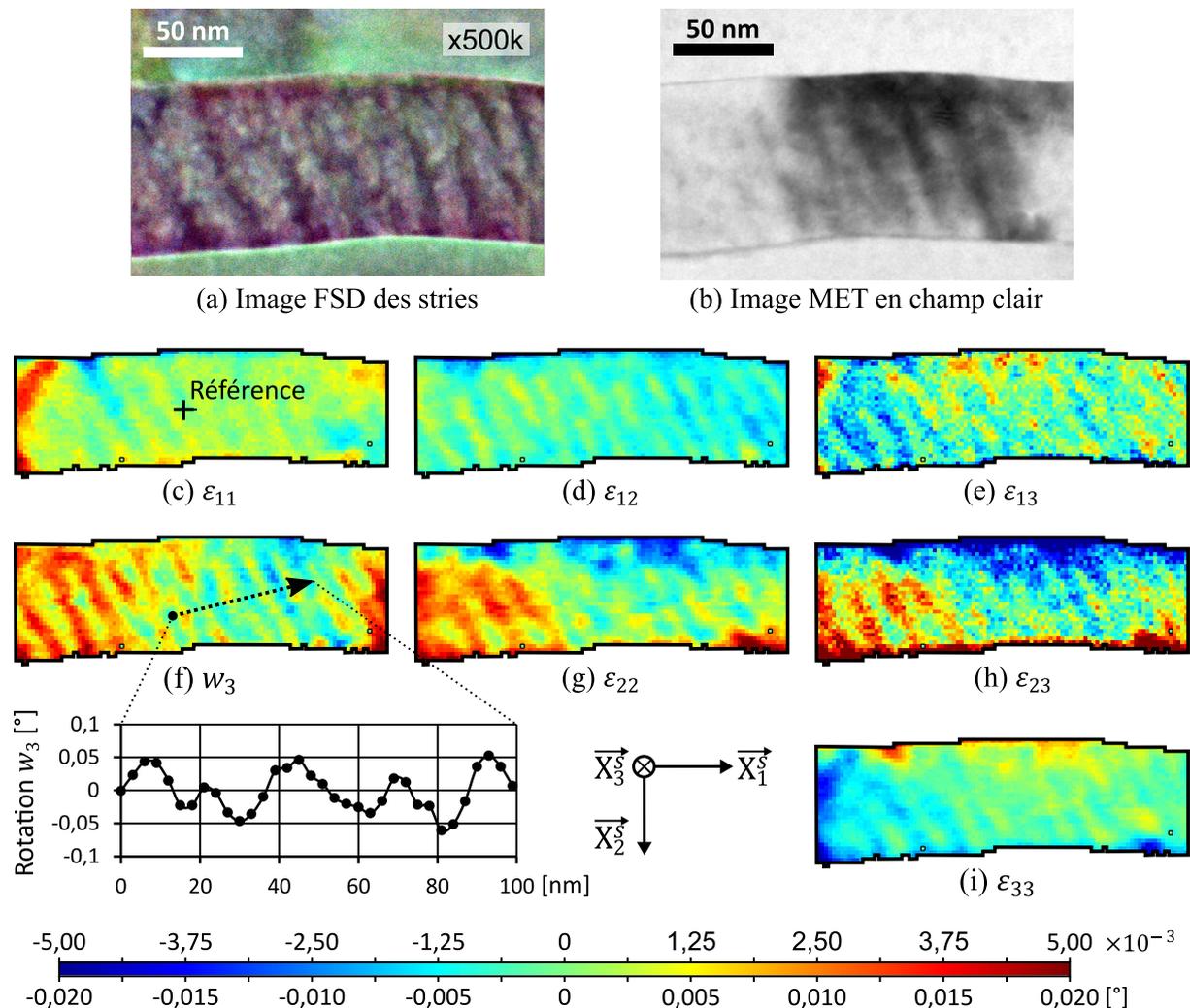


Figure V.24. (a) Image FSD et (b) image MET en champ clair des stries du grain. (c-i) Composantes de déformation élastique et rotation w_3 . Les rotations w_1 et w_2 ne sont pas représentées car elles ne présentent pas de motif particulier.

V.5. Discussion

Ce chapitre a illustré les performances de la méthode de recalage des clichés de diffraction dans des situations très diverses, aussi bien du point de vue du matériau étudié que de la technique de caractérisation utilisée. La méthode a en effet été appliquée à des semi-conducteurs ainsi qu'à des alliages métalliques polycristallins déformés plastiquement, en utilisant chaque fois les deux techniques EBSD et TKD on-axis. Cette section revient tout d'abord sur les principaux résultats en soulignant l'originalité des applications proposées. La technique HR-TKD on-axis fait ensuite l'objet d'une discussion spécifique en comparaison avec les techniques de microscopie électronique en transmission.

V.5.1. Principaux résultats et originalité des applications étudiées

L'application dans le monocristal de GaN constitue un cas d'application typique de la technique HR-EBSD. Si la précision des mesures est ici limitée par l'incertitude sur la calibration et la non prise en compte d'une éventuelle distorsion optique des clichés, les résultats sont qualitativement en accord avec les observations FSD. De plus, une sensibilité voisine de $2,5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^{-1}$ ($8 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$) est également atteinte sur les composantes du tenseur de Nye (Figure V.20). A noter également que la contribution de la déformation élastique y est non négligeable. Ces résultats sont donc prometteurs et encouragent la mise en place de routine de calibration spécifiques [75–77] au sein du laboratoire. La détermination des distorsions optiques des caméras utilisées fait également l'objet d'un projet en cours.

L'étude de la couche de $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$ est plus originale dans la mesure où les déformations élastiques sont mesurées avec une résolution spatiale latérale de quelques nanomètres dans un MEB en utilisant la récente technique TKD on-axis [3]. Les premières publications concernant la technique HR-TKD datent de 2019, lorsque Yu et al. [67] et Tang et al. [143] ont appliqué la méthode locale de Wilkinson et al. [1] aux configurations TKD off-axis et on-axis, respectivement. Faisant écho à leurs travaux, deux des applications proposées dans ce chapitre ont fait l'objet d'une publication, celle dans l'acier ODS [119] et celle dans l'aluminium nanocristallin [144].

Elles constituent les premières applications d'une approche globale à la TKD on-axis dans la littérature. En outre, la méthode tient également compte des spécificités de la TKD on-axis. Comme illustré dans ce chapitre, les taches de diffraction et le faisceau transmis sont exclus de la région d'intérêt de référence considérée durant l'algorithme IC-GN, là où Tang et al. [143] ne sélectionnent que 16 petites imageries de

128×128 pixels afin de les éviter et ainsi prévenir un ancrage du pic de la fonction de corrélation croisée, comme observé au [Chapitre III](#) dans le cadre du pré-recalage des clichés par corrélation croisée globale ([Figure III.7g](#) et [Figure III.9c](#)).

L'étude de métaux polycristallins fortement déformés plastiquement est une autre originalité des applications proposées. Ces matériaux sont rarement analysés par HR-EBSD/HR-TKD car la mesure des déformations élastiques est compromise par la présence de désorientations angulaires de plusieurs degrés ainsi que par la dégradation de la netteté du contraste de diffraction engendrée par la déformation plastique. Cette dernière affecte également la calibration comme l'ont récemment souligné. Tanaka et Wilkinson [77], qui observent une baisse de la précision de leur méthode au voisinage d'une empreinte d'indentation dans un acier IF recuit à 700°C pendant une heure.

Si la qualité moyenne des clichés impacte inévitablement les performances des techniques HR-EBSD et HR-TKD, il s'agissait dans ce chapitre de déterminer dans quelle mesure ces techniques sont tout de même capables de contribuer à une observation suffisamment fine et précise des mécanismes de déformation dans de tels matériaux. La connaissance de la désorientation intra-granulaire et des densités de dislocation présente un intérêt capital pour la compréhension des mécanismes de déformation ainsi que pour le développement ou la validation de modèles de plasticité cristalline [43]. De plus, la contribution des déformations élastiques dans le calcul des densités de GND apparaît négligeable devant l'intensité des courbures dans ces matériaux ([Figure V.9c](#)), en accord avec la littérature [145,146].

La capacité de la méthode à déterminer précisément les rotations et donc l'axe de désorientation offre une sensibilité accrue sur les densités de GND. Comme illustré au travers des différents exemples, les structures de déformation caractérisées par HR-EBSD/HR-TKD rendent compte de détails fins de la microstructure en accord avec l'imagerie FSD. Plus particulièrement, des dislocations isolées ont été mises en évidence dans la lame mince d'acier ODS ([Figure V.5c,c'](#)). A l'inverse, une analyse standard basée sur l'indexation par la transformée de Hough omet la plupart des structures de dislocations et rend les densités de GND relativement bruitées.

Ce constat fait écho à Demirel et al. [47], qui soulignent qu'une dispersion de 1° sur l'orientation est inadmissible (« *inadvisable* ») pour la caractérisation des microstructures de déformation, les sous-joints de grain impliquant le plus souvent des désorientations de moins de 2°. A noter qu'aucun lissage n'a été appliqué sur les rotations déduites de l'indexation puisqu'une telle approche dénature le signal. Les

discontinuités telles que les sous-joints de grain étant adoucies par un tel filtrage, les densités de GND seraient alors fortement sous-estimées. Concernant les sous-joints de grain, la méthode de pré-recalage par corrélation croisée globale assure la convergence de l'algorithme IC-GN. Les densités de GND mises en jeu peuvent ainsi être quantifiées par HR-EBSD/HR-TKD, y compris quand ces sous-joints de grain impliquent des désorientations de plusieurs degrés.

Le fait de comparer les résultats de l'analyse HR-EBSD/HR-TKD à ceux déduits d'une indexation standard par la transformée de Hough peut décevoir dans la mesure où de nouvelles méthodes d'indexation [32–38,40] déterminent les orientations avec une précision de 0,1 à 0,2° [28,35,41,42] pour un système précisément calibré [28]. Il faut cependant remarquer que la plupart de ces méthodes ont été publiées durant la seconde moitié de cette thèse. Etant très récentes, elles sont encore peu testées sur des applications réelles et ne disposent pas encore de logiciels accessibles pour leur utilisation par la communauté scientifique. De plus, les temps de calculs sont encore relativement longs. A titre de comparaison, les jeux de données dans l'acier ODS (~70 000 points) et l'acier IF (~80 000 points) ont été analysés en environ 4 heures sur une station de calcul dotée d'un processeur Intel® Xeon® W-2145 (16 cœurs cadencés à 3,7 GHz). La méthode de Foden et al. [33] nécessite 3,5 heures pour indexer ~9 000 clichés de 128×128 pixels en utilisant deux processeurs Intel® Xeon® E5-2660 v3 de 20 cœurs chacun cadencés à 2,6 GHz. L'indexation par la transformée de Hough reste donc encore à ce jour l'outil de référence pour la caractérisation des orientations cristallographiques en microscopie électronique à balayage.

Plus généralement, les méthodes d'indexation emploient des techniques de plus en plus similaires à celles des techniques HR-EBSD/HR-TKD, à l'image du *pattern matching* [37,38,40]. Si elles sont plus à même de caractériser des matériaux fortement plastifiés et pour lesquels le contraste de diffraction est faible, ce chapitre montre qu'il existe un ensemble de matériaux pour lesquels les techniques HR-EBSD/HR-TKD offrent des résultats intéressants de par leur résolution angulaire supérieure à ces nouvelles techniques d'indexation (Figure V.24f).

V.5.2. HR-TKD on-axis : un compromis entre MEB et MET

Dans ce chapitre, le MEB utilisé a été poussé au maximum de ses capacités afin de mesurer les déformations élastiques à l'échelle de quelques nanomètres dans le cas d'une couche de Si_{0,69}Ge_{0,31} ou pour quantifier les structures de déformation en matière de désorientation intra-granulaire et de densité de GND dans le cas d'un aluminium nanocristallin.

Pour la première application, les profils de déformation élastique sont qualitativement en accord avec les mesures NBED [133] ([Figure V.15a,b](#)). La valeur ε_{xx} mesurée est en revanche près de deux fois plus faible que la valeur théorique, ce qui s'explique par la relaxation des contraintes dans la lame mince ainsi que par la résolution spatiale latérale physique de la présente technique ([§V.3.1.3](#)). Comme expliqué, il s'agit là de résultats préliminaires qui doivent être complétés par la mesure de l'épaisseur de la lame ainsi que des simulations numériques par la méthode des éléments finis (relaxation), ainsi que des simulations de Monte-Carlo (résolution spatiale). L'étude devrait également être menée avec un MEB permettant d'accéder à une plus haute résolution spatiale, en réduisant notamment la taille de sonde. Pour rappel, un diaphragme de 60 μm a été utilisé ici. Quoiqu'il en soit, les profils obtenus par HR-TKD on-axis apparaissent nettement moins bruités que ceux réalisés par NBED, dont la résolution sur les déformations est limitée à 1×10^{-3} [147], voire 6×10^{-4} [148]. Différentes techniques de mesures des déformations par TEM ont été comparées par Cooper et al. [149]. La précession du faisceau dans le cadre de la technique NPED (*Nanobeam Precession Electron Diffraction*) proposée par Rouvière et al. [150] améliore la précision de la mesure à 2×10^{-4} . Cette technique est la plus précise avec l'holographie en champ sombre. La technique HR-TKD offre ainsi une résolution sur les déformations élastiques comparable à celles atteintes dans un MET.

Concernant la caractérisation des microstructures de déformation, la technique HR-TKD on-axis présentent plusieurs avantages par rapport au MET, et quelques inconvénients.

Tout d'abord, l'imagerie FSD est un atout pour la visualisation qualitative des gradients d'orientation avant l'acquisition d'une carte d'orientation. Le contraste FSD est en effet très sensible au changement d'orientation sans qu'il ne soit nécessaire d'acquérir des images pour différentes inclinaisons de l'échantillon, comme dans le cas de l'imagerie MET en champ clair. De plus, l'utilisation de trois canaux de couleur en imagerie FSD limite les indéterminations, plus fréquentes sur les images MET en niveau de gris, où une même intensité peut correspondre à différentes orientations. La résolution spatiale latérale du MET demeure supérieure, avec une taille de sonde pouvant atteindre 0,5 nm. L'imagerie MET reste donc plus adaptée à la visualisation des réseaux de dislocations, bien que l'imagerie FSD puisse y parvenir dans certains cas comme le montre la [Figure V.25](#).

Si la plus faible tension d'accélération du MEB conduit à un élargissement plus important du faisceau lorsqu'il traverse l'échantillon, elle permet également à la technique TKD d'être sélective en profondeur (§I.1.2.2). La superposition de clichés est ainsi plus rare que pour le MET dont la non-sélectivité en profondeur peut rendre l'analyse des clichés délicate lorsqu'il y a plusieurs grains dans l'épaisseur. Ce problème a notamment été récemment souligné par Mariano et al. [151], qui ont comparé la capacité des techniques TKD dans le MEB et PED-ACOM (Precession Electron Diffraction - Automated Crystal Orientation Mapping) [152] dans le MET, à cartographier des nanoparticules.

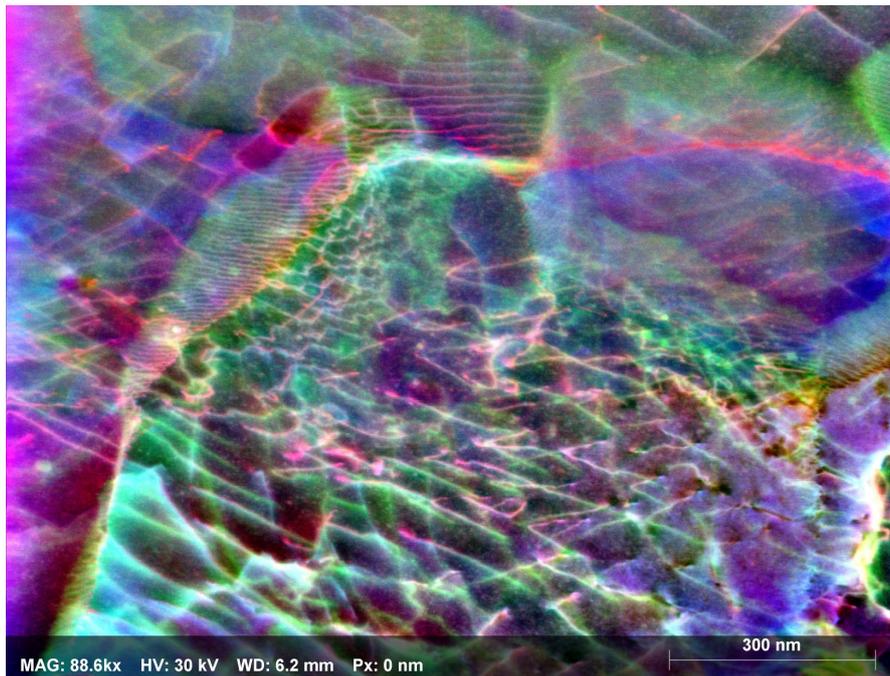


Figure V.25. Image FSD d'un réseau de dislocations dans l'acier ODS.

Enfin, l'étude de l'échantillon d'aluminium nanocristallin a montré qu'il était possible d'atteindre simultanément une haute résolution spatiale effective (3 à 10 nm) ainsi qu'une haute résolution angulaire ($< 0,05^\circ$) dans un MEB grâce à la technique HR-TKD on-axis. Les rotations du cristal sont mesurées à partir du déplacement des bandes de Kikuchi, lequel est plus sensible aux changements d'orientation que ne l'est le déplacement des taches de diffraction considérées par la méthode PED-ACOM. Cette dernière technique a une résolution angulaire sur les orientations de l'ordre de $0,8-1,1^\circ$ [15,153] et pouvant descendre à $0,3^\circ$ en utilisant des algorithmes d'affinage comparant les clichés expérimentaux à des simulations [154]. Comme l'ont suggéré Leff et al. [155], la résolution angulaire du MET pourrait être améliorée en travaillant à partir des lignes de Kikuchi déjà utilisées pour la détermination des orientations cristallographiques [156,157], à la manière de la technique HR-TKD.

En conclusion, la technique HR-TKD on-axis offre un compromis entre le MET et le MEB. S'il est clair qu'un MET, plus coûteux, est nécessaire pour les applications les plus exigeantes en matière de résolution spatiale latérale, la technique HR-TKD on-axis permet d'atteindre une résolution équivalente sur les déformations élastiques, ainsi qu'une résolution angulaire supérieure sur les rotations du cristal. De plus, la sélectivité en profondeur de la méthode en fait une technique particulièrement adaptée à l'étude des matériaux nanocristallins, dont l'imagerie FSD permet en plus une observation qualitative et complémentaire des microstructures de déformation.

V.6. Conclusions

- La méthode a été appliquée à des semi-conducteurs et à des métaux polycristallins déformés plastiquement en utilisant les techniques EBSD et TKD on-axis. La méthode proposée tient notamment compte des spécificités de cette dernière technique, à savoir la présence de taches de diffraction et du faisceau transmis sur les clichés.
- Malgré la qualité moyenne des clichés, la sensibilité de la méthode a permis de rendre compte de détails fins de la microstructure observés en imagerie FSD, dont le contraste est particulièrement sensible aux changements d'orientation. Bien que la mesure précise des déformations élastiques soit incertaine, la méthode proposée apporte une véritable amélioration par rapport à une analyse standard basée sur l'indexation par la transformée de Hough pour la caractérisation des structures de déformation dans les métaux déformés plastiquement.
- Pour ces matériaux, la contribution des déformations élastiques dans le calcul des densités de dislocations géométriquement nécessaires est apparue négligeable devant celle des courbures, ce qui est en accord avec la littérature [145,146]. A l'inverse, les déformations élastiques doivent être prises en compte quand les désorientations sont faibles ($\sim 0,2^\circ$), comme dans l'échantillon de GaN où la sensibilité sur les densités de dislocations est voisine de $2,5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^{-1}$ ($8 \times 10^{12} \text{m}^{-2}$).
- La méthode de pré-recalage par corrélation croisée assure une efficacité de l'algorithme supérieure à une initialisation basée sur l'indexation par la transformée de Hough. Contrairement à cette dernière, il assure également une convergence quasi systématique de l'algorithme IC-GN. Les temps de calcul sont ici d'environ 35 minutes pour le $\text{Si}_{10,69}\text{Ge}_{0,31}$, 1 heure pour le GaN et 4 heures pour l'acier IF et l'acier ODS avec un processeur de 16 cœurs cadencés à 3,7 GHz.

- La technique HR-TKD on-axis permet d'atteindre simultanément une résolution spatiale latérale effective de 3 à 10 nm et une résolution angulaire de l'ordre de 0,01 à 0,05°. Ici, une nanostructure déformée est ainsi finement caractérisée dans un microscope électronique à balayage (MEB), alors que ce genre d'application est usuellement réservée aux microscopes électroniques en transmission (MET). Les déformations élastiques sont mesurées avec une résolution comparable aux méthodes les plus précises du MET (2×10^{-4}), tandis que la résolution sur les rotations est supérieure. Si la technique TKD a une résolution spatiale latérale moins bonne que celle d'un MET (1 à 2 nm), elle est sélective en profondeur. Enfin, la sensibilité du contraste FSD permet d'observer finement la microstructure avant de faire l'acquisition d'une carte d'orientation.

Discussion générale

Cette thèse s'inscrit dans plusieurs des axes de recherche du laboratoire. D'une part, elle propose une méthode innovante d'analyse des clichés de diffraction électronique pour la caractérisation des microstructures de déformation avec une haute résolution angulaire dans un microscope électronique à balayage. D'autre part, la méthode proposée est appliquée à la technique EBSD, mais également à une méthode expérimentale émergente : la configuration TKD on-axis, développée au sein du laboratoire [2,3] peu avant le début de cette thèse. En couplant des méthodes expérimentales et d'analyse avancées, cette thèse vise à améliorer l'observation et donc la compréhension des mécanismes de déformation, en particulier dans les matériaux polycristallins.

Dans la plupart des matériaux cristallins, l'apparition de désorientations intra-granulaires durant la déformation plastique est corrélée à la formation de structures de dislocations ayant un vecteur de Burgers net non nul, à l'instar des sous-joints de grain, des cellules ou des empilements de dislocations. Leur caractérisation passe par la détermination précise de l'angle et de l'axe de désorientation ainsi que des déformations élastiques, à partir desquels les densités de dislocations géométriquement nécessaires peuvent être calculées selon la théorie de Nye-Kröner [130,131]. L'étude bibliographique (§I.1.4.3) et les résultats expérimentaux (Chapitre V) ont mis en évidence les limites d'une exploitation standard des données issues d'une indexation par la transformée de Hough. Si de nouvelles techniques d'indexation plus performantes ont été récemment proposées [32–38,40], elles sont encore peu utilisées et leur précision sur l'axe de désorientation reste à quantifier. L'étude sur l'acier IF déformé de 15% (§V.2.2) a notamment révélé que l'angle de désorientation estimé à partir des orientations cristallographiques était relativement juste mais que des erreurs supérieures au degré étaient en revanche fréquentes sur les rotations du cristal (Figure V.11).

Les méthodes à haute résolution angulaire (HR-EBSD/HR-TKD) sont spécialement conçues pour mesurer les rotations relatives du cristal ainsi que les déformations élastiques, avec une précision de l'ordre de 1×10^{-4} (§I.2). Si la méthode originale de Wilkinson et al. [1] a connue de nombreuses améliorations depuis 2006, la présence de rotations supérieures à quelques degrés demeure sa seconde source d'erreur, après l'incertitude sur la géométrie de projection [68]. Sachant que cette

dernière est propagée par l'utilisation d'un *remapping* itératif, et comme plusieurs interrogations entourant la mise en œuvre de la méthode subsistent (§I.3.1.1), cette thèse s'est progressivement orientée vers le développement d'une méthode alternative, potentiellement mieux adaptée à la caractérisation de matériaux polycristallins déformés plastiquement, auxquels le laboratoire s'intéresse particulièrement. Elle reste néanmoins applicable à des monocristaux ou semi-conducteurs, comme l'ont montré les applications au $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$ et au GaN (§V.3), qui présentent notamment un intérêt pour l'industrie électronique.

L'étude bibliographique a été étendue aux méthodes de mesure de déplacements et de déformations surfaciques (Chapitre II). En suivant les recommandations de la littérature et en s'inspirant des méthodes utilisées dans le domaine de la mécanique expérimentale, une nouvelle approche de corrélation d'images numériques globale a été proposée et publiée dans *Acta Materialia* [119].

Les rotations et déformations élastiques sont mesurées à partir d'une unique et grande région d'intérêt, évitant la question du nombre, de la taille et de la position des régions d'intérêt, mais surtout de la pondération des mesures lors du calcul de la solution. Les déformations relatives de la région d'intérêt sont modélisées par une homographie linéaire. D'après le modèle mécanique sur lequel repose la technique HR-EBSD (§II.2), une homographie décrit de manière exacte, à l'échelle du scintillateur, le champ de déplacement induit par les rotations et les déformations élastiques du cristal et par les variations de la géométrie de projection. Les rotations et les déformations élastiques sont déduites analytiquement à partir de l'homographie mesurée, connaissant la géométrie de projection et ses variations.

Le recalage des clichés de diffraction par un algorithme de Gauss-Newton par composition inverse (IC-GN), numériquement efficace, est mené indépendamment de la géométrie de projection (§III.1). Ceci différencie la méthode proposée de l'approche HR-EBSD locale avec *remapping*, mais également des autres approches globales publiées en parallèle de cette thèse, lesquelles reposent toutes sur des méthodes de corrélation d'images numériques intégrée (§I.3.2). La méthode proposée se démarque également par l'intégration à l'algorithme IC-GN d'une correction des distorsions optiques (§III.3). Son principe de fonctionnement est transférable aux autres approches globales utilisant un algorithme de Gauss-Newton. Ce dernier point conforte le choix de cette méthode d'optimisation (§II.3). Enfin, l'approche développée inclut une méthode de pré-recalage par corrélation-croisée globale rendant compte des effets des rotations allant jusqu'à une dizaine de degrés (§III.2). Elle assure la convergence de

l'algorithme IC-GN malgré la présence de rotations et/ou déformations élastiques élevées tout en étant robuste à l'éventuelle présence de discontinuités (§IV.2.4).

La méthode est programmée en FORTRAN et implémentée dans le logiciel ATEX-software [90] développé au laboratoire (§III.4). L'intégralité du code est ainsi maîtrisée, évitant les « boîtes noires ». La précision et la vitesse d'exécution d'un code non interprété ainsi que la présence d'une interface graphique facilitent grandement son utilisation. En plus du tracé et de l'exploitation des résultats HR-EBSD/HR-TKD, ce logiciel propose un environnement complet pour l'analyse des cartes d'orientation.

La méthode est validée numériquement (Chapitre IV) à partir de plusieurs milliers d'images obtenues par déformation d'un cliché simulé, en l'absence et en présence de distorsion optique radiale du premier ordre (§IV.2). L'ensemble des plages de désorientation (0 à 14°) et de déformation élastique (0 à 5×10^{-2}) auxquelles la méthode HR-EBSD peut-être confrontée a été étudié. Cette étude a permis de quantifier l'erreur commise lorsque la distorsion optique est ignorée. Elle démontre la nécessité d'une correction (§IV.3), contredisant ce qui a pu être affirmé dans la littérature [56], à savoir que la non prise en compte d'une distorsion radiale induit une erreur négligeable lorsque la désorientation est faible ($< 2^\circ$). Des erreurs maximales supérieures à 1×10^{-4} (et à 100% en relatif, Figure IV.9) sont en effet observées sur les composantes de déformation élastique lorsqu'une distorsion radiale typique de celle des caméras EBSD [76] est négligée. Plus généralement, il serait surprenant que la méthode HR-EBSD puisse s'affranchir d'une correction des distorsions optiques, alors que les erreurs induites par ces dernières constituent un problème majeur dans le cadre de la mesure des déformations surfaciques en mécanique expérimentale [98,127].

Plusieurs applications expérimentales de la méthode aux techniques EBSD et TKD on-axis ont été proposées en considérant des matériaux avec des états thermomécaniques variés (Chapitre V).

Des structures de déformation ont été caractérisées dans des métaux déformés plastiquement (§V.2), à travers un acier ODS martensitique trempé et revenu et un acier IF déformé de 15% en traction. Ces matériaux sont très peu étudiés par HR-EBSD. Malgré la qualité relativement faible et la résolution moyenne des clichés de diffraction utilisés, la méthode parvient pourtant à mesurer les rotations du cristal de manière suffisamment précise pour révéler des structures de dislocations fines. Ces dernières sont noyées dans le bruit d'une analyse standard à partir de l'indexation par la transformée de Hough. Si la mesure des déformations élastiques dans ces matériaux est compromise à cause de la dégradation du contraste de diffraction induite par la

déformation plastique, laquelle affecte également la précision sur la calibration, leur contribution dans le calcul des densités de dislocations géométriquement nécessaire (GND) apparaît négligeable devant l'intensité des courbures élastiques (Figure V.9). La comparaison des résultats avec l'imagerie FSD confirme que des détails fins de la microstructure sont fidèlement retranscrits par l'analyse HR-EBSD/HR-TKD. Bien que les métaux déformés plastiquement constituent une application très complexe, la méthode apporte, de par sa sensibilité élevée, une véritable amélioration.

L'étude des structures de déformation est ici rendue possible par la méthode de pré-recalage des clichés par corrélation croisée globale. Elle assure une convergence de l'algorithme IC-GN en présence de désorientations intra-granulaires allant jusqu'à 12°, y compris lorsque la microstructure contient des discontinuités comme des sous-joints de grain. Les densités de GND ont notamment été quantifiées au niveau de ces derniers dans un aluminium nanocristallin obtenu par fragmentation granulaire lors d'une déformation plastique sévère (SV.4). Cet exemple d'application, usuellement réservé aux microscopes électroniques en transmission, montre que la HR-TKD on-axis permet d'atteindre simultanément une haute résolution spatiale (3 à 10 nm) et une haute résolution angulaire ($< 0,05^\circ$) dans un microscope électronique à balayage.

Enfin, la méthode a été appliquée à des cas plus usuels, à savoir un monocristal de GaN et une couche de $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$ obtenue par épitaxie (SV.3). Dans le premier cas, des clichés EBSD de résolution élevée (1244×1024 pixels) et dont le contraste de diffraction n'est pas dégradé par la présence de dislocations dans le volume de diffraction, sont analysés. Dans ces conditions, une sensibilité voisine de $2,5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^{-1}$ ($8 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$) est atteinte sur les composantes du tenseur de Nye. Les rotations étant voisines du dixième de degré, la contribution des déformations élastiques n'est cette fois plus négligeable dans le calcul des densités de GND. Dans le second cas, des cartes de déformation élastique à l'échelle de quelques nanomètres sont réalisées par HR-TKD on-axis. Si les résultats présentés nécessitent des études complémentaires en raison de la relaxation des contraintes dans la lame mince et de l'élargissement du faisceau d'électron avec la profondeur (SV.3.1.3), les profils de déformation obtenus sont qualitativement en bon accord avec la réponse attendue et les mesures NBED (*NanoBeam Electron Diffraction*) par microscopie électronique en transmission [133]. Il faut souligner que le microscope utilisé n'est pas particulièrement adapté pour la haute résolution (manque de stabilité, ouverture centrale de $60 \mu\text{m}$), ni pour la HR-TKD (caméra CCD peu sensible). Malgré les limitations techniques (incertitude sur la calibration et distorsion optique négligée), les résultats expérimentaux sont encourageants et incitent à poursuivre le développement de la méthode.

Perspectives

Au-delà des perspectives d'amélioration de la méthode abordées par la suite, plusieurs limitations liées à une méconnaissance de certains paramètres intrinsèques au microscope doivent être levées. Premièrement, cette thèse a mis en évidence la nécessité de caractériser, avec une certaine précision, la distorsion optique des caméras. Deuxièmement, des routines de calibration spécifiques [75–77] doivent être mises en place au sein du laboratoire afin de réduire autant que possible l'incertitude sur la géométrie de projection.

Il sera alors envisageable de reprendre les études dans les échantillons de GaN et de $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$ présentées au [Chapitre V](#). Il s'agira cette fois de mesurer précisément la déformation élastique afin de valider expérimentalement la méthode. Concernant les mesures HR-TKD, des études complémentaires sont nécessaires afin de prendre en compte la relaxation des contraintes et la taille du volume de diffraction comme mentionné au sujet de la lame mince de $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$ ([§V.3.1.3](#)). Concernant la technique HR-EBSD, une lame en flexion pourrait être utilisée, dans l'esprit des études publiées à ce jour [51,66,93].

Un travail a été initié en ce sens avant le confinement. Une « carte » de plusieurs millimètres de large a été acquise à très faible grandissement en focalisant le faisceau sur le scintillateur TKD on-axis en l'absence d'échantillon ([Figure P.1b](#)). La position de la sonde est facilement repérée par la tache blanche sur les clichés non filtrés ([Figure P.1b',b''](#)). Il s'agit de superposer les clichés pour obtenir des taches de manière espacée grâce au balayage du faisceau. La démarche s'inspire de la méthode de Mingard et al. [76] pour la détermination de la distorsion optique. Les auteurs génèrent une grille régulière de taches sur le scintillateur en plaçant un bloc ajouré entre ce dernier et une source de lumière ([Figure P.1c](#)). Ici, l'espacement entre les taches correspond en toute logique au pas de la carte, à l'effet de la distorsion optique près. La démarche est cependant peu concluante car la sonde reste proche du centre du scintillateur sur la [Figure P.1c](#), laquelle est obtenue en superposant les clichés associés à chacun des coins de la carte, repérés par les lettres A-D sur la [Figure P.1c](#).

Cette étude révèle cependant de manière fortuite que la direction de balayage diffère d'environ 10° de celle attendue. Bien que la rotation de la direction de balayage soit désactivée (*scan rotation* de 0°), les lignes de la carte ne correspondent pas à un déplacement de la sonde parallèle au bord supérieur du scintillateur. Cet angle doit

être pris en compte, en plus de la rotation de balayage indiquée par le logiciel du MEB, afin d'estimer les déplacements du *PC* à travers la carte d'orientation.

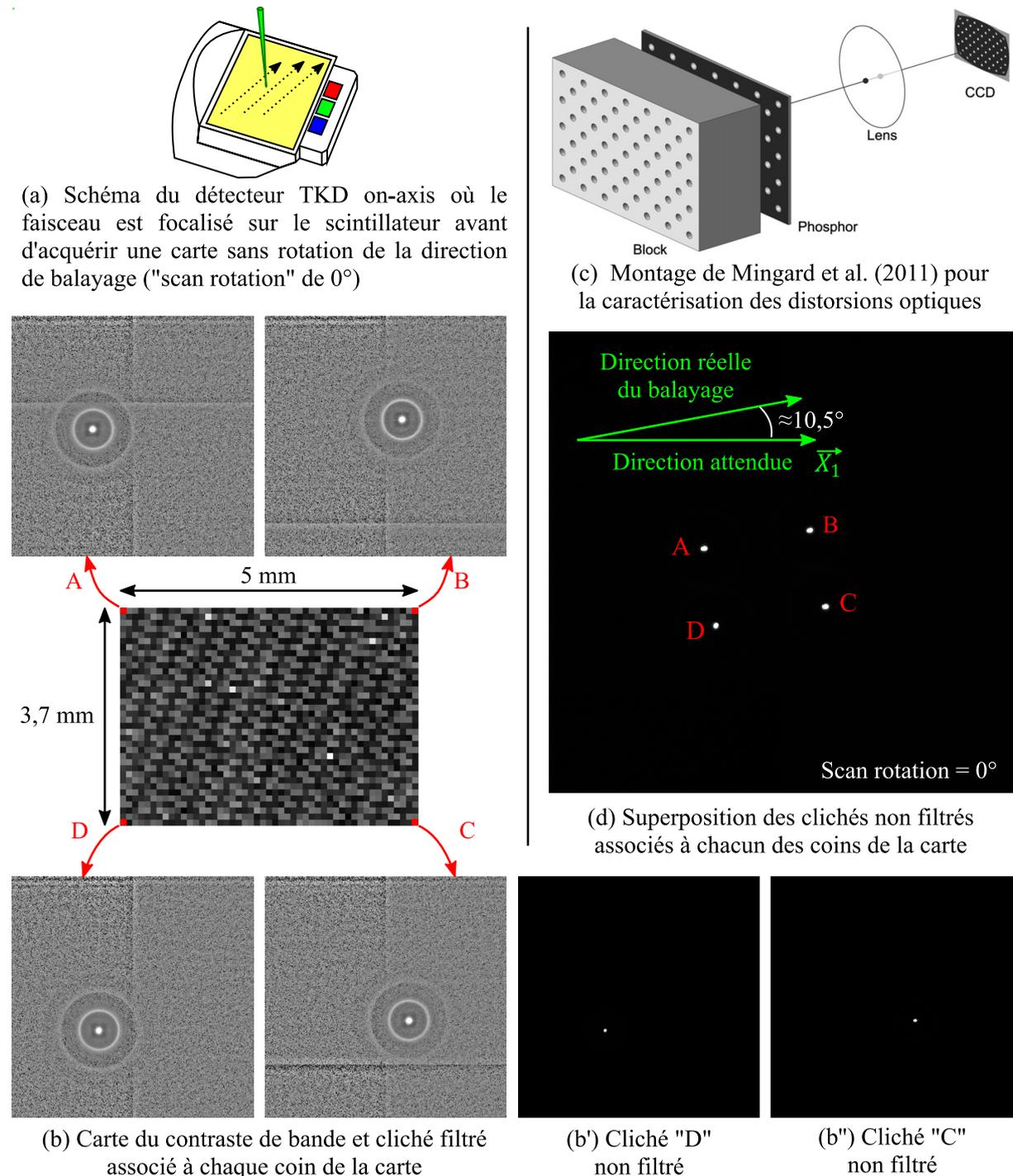


Figure P.1. (a) Schéma du détecteur TKD on-axis sur lequel le faisceau est focalisé. (b) Dimensions de la « carte » acquise et clichés filtrés correspondant aux pixels formant les coins de la carte et repérés par des lettres A-D. (b', b'') Clichés non filtrés correspondant aux coins inférieurs C et D. (c) Superposition des clichés non filtrés A-D. (d) Image extraite de Mingard et al. [76] montrant le montage utilisé pour la détermination de la distorsion optique.

Cette expérience illustre la nécessité de vérifier la véracité des informations fournies par les logiciels de pilotage du microscope et des caméras.

Plusieurs axes d'amélioration de la méthode sont envisageables. Comme discuté dans la section III.5.1, de nombreuses optimisations du code sont toujours possibles, à commencer par la parallélisation de l'algorithme IC-GN sur GPU. Les temps d'analyse pourraient encore être réduits en optimisant la définition de la convergence de l'algorithme IC-GN mais également le filtrage des clichés. Ce dernier peut impacter significativement l'efficacité numérique de l'algorithme (§IV.2.5.2). Il doit donc idéalement s'affranchir autant que possible du biais lié à l'utilisateur, lequel détermine pour l'instant les paramètres des filtres à partir d'une inspection visuelle des clichés. De ce point de vue, Shi et al. [93] ont développé une méthode de réduction du bruit intéressante, dans la mesure où elle s'appuie sur les résidus observés à l'issue d'un premier recalage des clichés.

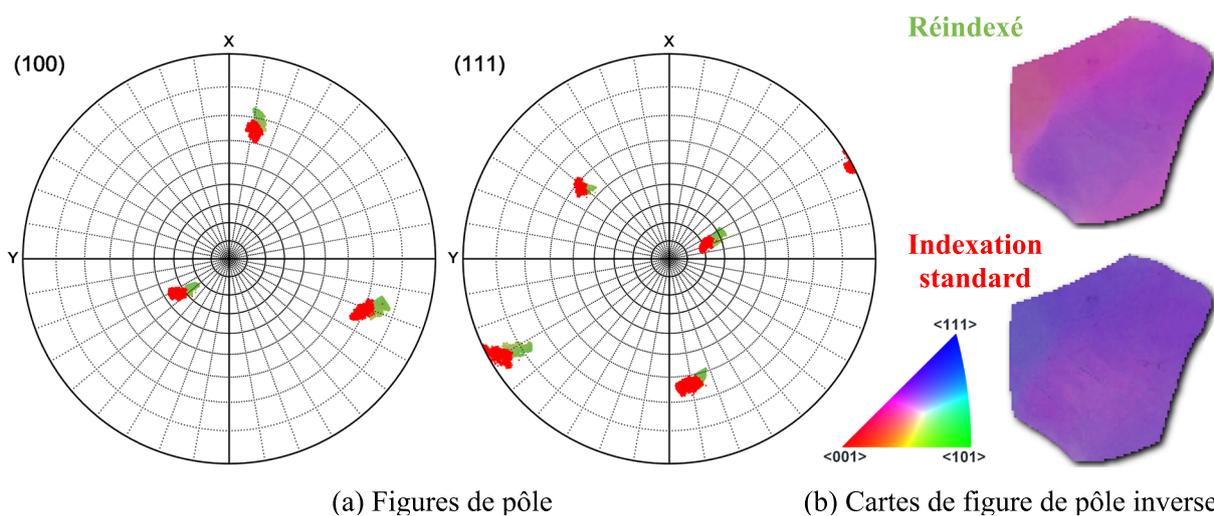


Figure P.2. (a) Figure de pôle et (b) cartes de figure de pôle inverse dans un grain de l'acier IF d'après l'indexation et après ré-indexation à partir des mesures HR-EBSD.

En l'état, la vitesse d'exécution du code, parallélisé sur CPU, est néanmoins honorable et comparable à certaines méthodes d'indexation émergentes. Les applications proposées ont été analysées en quelques heures, si bien qu'une autre piste d'utilisation de la méthode pourrait concerner la détermination des orientations cristallographiques. Les points d'un grain pourraient être réindexés à partir de l'orientation de sa référence (qui serait alors précisément déterminée au préalable) et des rotations relatives du cristal obtenues par HR-EBSD/HR-TKD. Les figures de pôle sur la Figure P.2 montrent les orientations dans un grain de l'acier IF (Figure V.8) déterminées par l'indexation basée sur la transformée de Hough (rouge) et celles réindexées (en vert). Elles sont accompagnées des cartes de figure de pôle inverse du

grain pour chacune des méthodes. Des écarts de quelques degrés sont visibles entre les deux ensembles d'orientations.

Concernant les algorithmes utilisés, les méthodes stochastiques moins sensibles aux optima locaux que l'algorithme IC-GN sont amenées à se développer comme mentionné au [Chapitre II](#). Ce type d'algorithme, employé par Tanaka et Wilkinson [77] pour déterminer la géométrie de projection, pourrait également être appliqué au calcul de la solution à partir des paramètres de déformation de l'homographie mesurée par l'algorithme IC-GN. Plutôt que de déduire analytiquement la solution avec les équations (II.18) et (II.12) pour une géométrie de projection donnée, il s'agirait alors de déterminer celle conduisant à la solution qui satisfait au mieux la condition de surface libre de l'échantillon ($\sigma_{i3} = 0$, dans le repère de l'échantillon), si celle-ci est pertinente.

Conclusions générales

Une approche de corrélation d'images numériques globale est proposée afin de recalibrer les clichés de diffraction. Le champ de déplacement à l'échelle du scintillateur est décrit de manière exacte par une homographie linéaire. Elle est mesurée itérativement par un algorithme de Gauss-Newton par composition inverse (IC-GN). Cet algorithme est numériquement efficace. Largement utilisé, il bénéficie d'améliorations constantes. Le tenseur gradient de transformation déviatorique est analytiquement déduit connaissant la géométrie de projection et ses variations, à partir de l'homographie mesurée sur une unique et grande région d'intérêt.

Une correction des distorsions optiques est intégrée à l'algorithme IC-GN. Elle est nécessaire pour la mesure des déformations élastiques typiquement comprises entre 1×10^{-4} et 2×10^{-3} , y compris lorsque la désorientation est faible. Son surcoût numérique est compensé par l'absence de prétraitement des clichés visant à corriger les effets de la distorsion. Son principe est transférable aux autres techniques HR-EBSD globales employant également un algorithme de Gauss-Newton.

Une méthode de pré-recalage des clichés a été développée pour rendre compte des effets des désorientations allant jusqu'à une dizaine de degrés. Elle n'est pas mise en défaut par la présence de discontinuités telles que les sous-joints de grain et elle s'adapte également aux spécificités des clichés TKD on-axis (taches de diffraction et faisceau transmis). Des algorithmes de corrélation croisée globale basés sur les transformées de Fourier-Mellin et de Fourier sont employés afin d'estimer les rotations avec une précision typiquement comprise entre $0,1$ et $0,5^\circ$. La convergence efficace de l'algorithme IC-GN est ainsi assurée dans la vaste majorité des cas.

La méthode est validée numériquement sur des clichés simulés désorientés jusqu'à 14° avec des déformations élastiques équivalentes allant jusqu'à 5×10^{-2} , c'est-à-dire sur la plage de valeurs auxquelles la technique HR-EBSD peut être confrontée. La validation inclut la présence d'une distorsion optique radiale typique des caméras EBSD.

La méthode est appliquée à des métaux polycristallins déformés plastiquement et à des semi-conducteurs en utilisant les techniques EBSD et TKD on-axis. Pour les premiers matériaux, la sensibilité de la méthode retranscrit des détails fins de la

microstructure observée en imagerie FSD, malgré la qualité moyenne des clichés. La contribution des déformations élastiques dans le calcul des densités de dislocations géométriquement nécessaires est négligeable devant celle des courbures. A l'inverse, elle doit être prise en compte lorsque les désorientations sont faibles ($\sim 0,2^\circ$), comme dans l'échantillon de GaN où la sensibilité sur les densités de dislocations est voisine de $2,5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^{-1}$ (soit $8 \times 10^{12} \text{m}^{-2}$).

La technique HR-TKD on-axis permet d'atteindre simultanément une résolution spatiale latérale effective de 3 à 10 nm et une résolution angulaire de l'ordre de 0,01 à 0,05° dans un microscope électronique à balayage. Une nanostructure d'aluminium obtenue par déformation plastique sévère est ainsi finement caractérisée. Les déformations élastiques sont également mesurables avec une résolution comparable aux méthodes les plus précises du MET (2×10^{-4}) dans un échantillon de $\text{Si}_{0,69}\text{Ge}_{0,31}$.

Finalement, la méthode développée durant cette thèse est programmée en FORTRAN afin de bénéficier de la vitesse de calcul d'un langage non interprété. Elle est implémentée dans le logiciel ATEX-software [90] facilitant ainsi son utilisation future au sein du laboratoire.

Bibliographie

- [1] A.J. Wilkinson, G. Meaden, D.J. Dingley, High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity, *Ultramicroscopy*. 106 (2006) 307–313. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2005.10.001>.
- [2] J.-J. Fundenberger, E. Bouzy, D. Goran, J. Guyon, A. Morawiec, H. Yuan, Transmission Kikuchi Diffraction (TKD) via a horizontally positioned detector, *Microsc. Microanal.* 21 (2015) 1101–1102. <https://doi.org/10.1017/S1431927615006297>.
- [3] J.J. Fundenberger, E. Bouzy, D. Goran, J. Guyon, H. Yuan, A. Morawiec, Orientation mapping by transmission-SEM with an on-axis detector, *Ultramicroscopy*. 161 (2016) 17–22. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2015.11.002>.
- [4] S. Kikuchi, Diffraction of Cathode Rays by Mica, *Proc. Imp. Acad.* 4 (1928) 354–356. <https://doi.org/10.2183/pjab1912.4.354>.
- [5] A.P. Day, Spherical EBSD, *J. Microsc.* 230 (2008) 472–486. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2008.02011.x>.
- [6] E. Brodu, E. Bouzy, J.-J. Fundenberger, Diffraction contrast dependence on sample thickness and incident energy in on-axis Transmission Kikuchi Diffraction in SEM, *Ultramicroscopy*. 181 (2017) 123–133. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2017.04.017>.
- [7] J.A. Venables, C.J. Harland, Electron back-scattering patterns—A new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope, *Philos. Mag.* 27 (1973) 1193–1200.
- [8] J.A. Venables, R. Bin-jaya, Accurate microcrystallography using electron back-scattering patterns, *Philos. Mag. J. Theor. Exp. Appl. Phys.* 35 (1977) 1317–1332. <https://doi.org/10.1080/14786437708232955>.
- [9] D.G. Coates, Kikuchi-like reflection patterns obtained with the scanning electron microscope, *Philos. Mag. J. Theor. Exp. Appl. Phys.* 16 (1967) 1179–1184. <https://doi.org/10.1080/14786436708229968>.
- [10] R.A. Schwarzer, Present State of Electron Backscatter Diffraction and Prospective Developments, in: D.P. Field, B.L. Adams, M. Kumar, A.J. Schwartz (Eds.), *Electron Backscatter Diffr. Mater. Sci.*, 2nd ed., Springer US, 2009: pp. 1–20. https://doi.org/10.1007/978-1-4757-3205-4_1.
- [11] D. Chen, J.-C. Kuo, W.-T. Wu, Effect of microscopic parameters on EBSD spatial resolution, *Ultramicroscopy*. 111 (2011) 1488–1494. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.06.007>.
- [12] D. Dingley, Progressive steps in the development of electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy, *J. Microsc.* 213 (2004) 214–224. <https://doi.org/10.1111/j.0022-2720.2004.01321.x>.
- [13] R.R. Keller, R.H. Geiss, Transmission EBSD from 10 nm domains in a scanning electron microscope, *J. Microsc.* 245 (2012) 245–251. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2011.03566.x>.
- [14] R. van Bremen, D. Ribas Gomes, L.T.H. de Jeer, V. Ocelík, J.Th.M. De Hosson, On the optimum resolution of transmission-electron backscattered diffraction (t-EBSD), *Ultramicroscopy*. 160 (2016) 256–264. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2015.10.025>.
- [15] D. Viladot, M. Véron, M. Gemmi, F. Peiró, J. Portillo, S. Estradé, J. Mendoza, N. Llorca-Isern, S. Nicolopoulos, Orientation and phase mapping in the transmission electron microscope using precession-assisted diffraction spot recognition: state-of-the-art results, *J. Microsc.* 252 (2013) 23–34. <https://doi.org/10.1111/jmi.12065>.
- [16] P.W. Trimby, Orientation mapping of nanostructured materials using transmission Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope, *Ultramicroscopy*. 120 (2012) 16–24. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2012.06.004>.
- [17] F. Niessen, A. Burrows, A.B. da S. Fanta, A systematic comparison of on-axis and off-axis transmission Kikuchi diffraction, *Ultramicroscopy*. 186 (2018) 158–170. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2017.12.017>.

- [18] Y. Shen, J. Xu, Y. Zhang, Y. Wang, J. Zhang, B. Yu, Y. Zeng, H. Miao, Spatial Resolutions of On-Axis and Off-Axis Transmission Kikuchi Diffraction Methods, *Appl. Sci.* 9 (2019) 4478. <https://doi.org/10.3390/app9214478>.
- [19] E. Brodu, E. Bouzy, Depth Resolution Dependence on Sample Thickness and Incident Energy in On-Axis Transmission Kikuchi Diffraction in Scanning Electron Microscope (SEM), *Microsc. Microanal.* 23 (2017) 1096–1106. <https://doi.org/10.1017/S1431927617012697>.
- [20] H. Yuan, E. Brodu, C. Chen, E. Bouzy, J.-J. Fundenberger, L.S. Toth, On-axis versus off-axis Transmission Kikuchi Diffraction technique: application to the characterisation of severe plastic deformation-induced ultrafine-grained microstructures, *J. Microsc.* 267 (2017) 70–80. <https://doi.org/10.1111/jmi.12548>.
- [21] T.B. Britton, D. Goran, V.S. Tong, Space rocks and optimising scanning electron channelling contrast, *Mater. Charact.* 142 (2018) 422–431. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.06.001>.
- [22] T. Ickler, H. Meckbach, F. Zeismann, A. Brückner-Foit, Assessing the influence of crystallographic orientation, stress and local deformation on magnetic domains using electron backscatter diffraction and forescatter electron imaging, *Ultramicroscopy.* 198 (2019) 33–42. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2018.12.012>.
- [23] N.C. Krieger Lassen, K. Conradsen, D. Juul Jensen, Image processing procedures for analysis of electron diffraction patterns, *Scanning Microsc.* 6 (1992) 115–121.
- [24] N.C. Krieger Lassen, Automated determination of crystal orientations from electron backscattering patterns, PhD Thesis, 1994.
- [25] C. Maurice, R. Fortunier, A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns., *J. Microsc.* 230 (2008) 520–529. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2008.02045.x>.
- [26] F.J. Humphreys, Review Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction, *J. Mater. Sci.* 36 (2001) 3833–3854. <https://doi.org/10.1023/A:1017973432592>.
- [27] I. Brough, P.S. Bate, F.J. Humphreys, Optimising the angular resolution of EBSD, *Mater. Sci. Technol.* 22 (2006) 1279–1286. <https://doi.org/10.1179/174328406X130902>.
- [28] F. Ram, S. Wright, S. Singh, M.D. Graef, Error analysis of the crystal orientations obtained by the dictionary approach to EBSD indexing, *Ultramicroscopy.* 181 (2017) 17–26. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2017.04.016>.
- [29] S.I. Wright, J.A. Basinger, M.M. Nowell, Angular Precision of Automated Electron Backscatter Diffraction Measurements, *Mater. Sci. Forum.* 702–703 (2012) 548–553. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.702-703.548>.
- [30] E. Plancher, Mesures de champs de déformations élastique et totale pour la détermination du comportement mécanique local de matériaux cristallins., These de doctorat, Paris, ENSAM, 2015. <https://www.theses.fr/2015ENAM0056> (accessed January 7, 2021).
- [31] F. Ram, S. Zaefferer, D. Raabe, Kikuchi bandlet method for the accurate deconvolution and localization of Kikuchi bands in Kikuchi diffraction patterns, *J. Appl. Crystallogr.* 47 (2014) 264–275. <https://doi.org/10.1107/S1600576713030446>.
- [32] Y.-H. Chen, S.U. Park, D. Wei, G. Newstadt, M. Jackson, J.P. Simmons, M. De Graef, A.O. Hero, A Dictionary Approach to EBSD Indexing, *ArXiv150207436 Phys. Stat.* (2015). <http://arxiv.org/abs/1502.07436> (accessed March 5, 2019).
- [33] A. Foden, D.M. Collins, A.J. Wilkinson, T.B. Britton, Indexing electron backscatter diffraction patterns with a refined template matching approach, *Ultramicroscopy.* 207 (2019) 112845. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2019.112845>.
- [34] R. Hielscher, F. Bartel, T.B. Britton, Gazing at Crystal Balls – Electron Backscatter Diffraction Indexing and Cross Correlation on a Sphere, *Microsc. Microanal.* 25 (2019) 1954–1955. <https://doi.org/10.1017/S143192761901050X>.
- [35] W.C. Lenthe, S. Singh, M.D. Graef, A spherical harmonic transform approach to the indexing of electron back-scattered diffraction patterns, *Ultramicroscopy.* 207 (2019) 112841. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2019.112841>.

- [36] G. Nolze, M. Jürgens, J. Olbricht, A. Winkelmann, Improving the precision of orientation measurements from technical materials via EBSD pattern matching, *Acta Mater.* 159 (2018) 408–415. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.08.028>.
- [37] A. Winkelmann, B.M. Jablon, V.S. Tong, C. Trager-Cowan, K.P. Mingard, Improving EBSD precision by orientation refinement with full pattern matching, *J. Microsc.* 277 (2020) 79–92. <https://doi.org/10.1111/jmi.12870>.
- [38] G. Nolze, R. Hielscher, A. Winkelmann, Electron backscatter diffraction beyond the mainstream, *Cryst. Res. Technol.* 52 (2017) 1600252. <https://doi.org/10.1002/crat.201600252>.
- [39] E.F. Rauch, L. Dupuy, Rapid spot diffraction patterns identification through template matching, *Arch. Metall. Mater.* 50, (2005) 87–99.
- [40] A. Winkelmann, G. Nolze, G. Cios, T. Tokarski, P. Bała, Refined Calibration Model for Improving the Orientation Precision of Electron Backscatter Diffraction Maps, *Materials.* 13 (2020) 2816. <https://doi.org/10.3390/ma13122816>.
- [41] T. Friedrich, A. Bochmann, J. Dinger, S. Teichert, Application of the pattern matching approach for EBSD calibration and orientation mapping, utilising dynamical EBSP simulations, *Ultramicroscopy.* 184 (2018) 44–51. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2017.10.006>.
- [42] S. Singh, Y. Guo, B. Winiarski, T.L. Burnett, P.J. Withers, M.D. Graef, High resolution low kV EBSD of heavily deformed and nanocrystalline Aluminium by dictionary-based indexing, *Sci. Rep.* 8 (2018) 1–8. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-29315-8>.
- [43] N.C. Admal, G. Po, J. Marian, A unified framework for polycrystal plasticity with grain boundary evolution, *Int. J. Plast.* 106 (2018) 1–30. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2018.01.014>.
- [44] S. Sun, B.L. Adams, W.E. King, Observations of lattice curvature near the interface of a deformed aluminium bicrystal, *Philos. Mag. A.* 80 (2000) 9–25. <https://doi.org/10.1080/01418610008212038>.
- [45] B.S. El-Dasher, B.L. Adams, A.D. Rollett, Viewpoint: experimental recovery of geometrically necessary dislocation density in polycrystals, *Scr. Mater.* 48 (2003) 141–145. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(02\)00340-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00340-8).
- [46] D.J. Prior, Problems in determining the misorientation axes, for small angular misorientations, using electron backscatter diffraction in the SEM., *J. Microsc.* 195 (1999) 217–225.
- [47] M.C. Demirel, B.S. El-Dasher, B.L. Adams, A.D. Rollett, Studies on the Accuracy of Electron Backscatter Diffraction Measurements, in: A.J. Schwartz, M. Kumar, B.L. Adams (Eds.), *Electron Backscatter Diffraction. Mater. Sci.*, Springer US, Boston, MA, 2000: pp. 65–74. https://doi.org/10.1007/978-1-4757-3205-4_6.
- [48] K.Z. Troost, P. van der Sluis, D.J. Gravesteijn, Microscale elastic-strain determination by backscatter Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope, *Appl. Phys. Lett.* 62 (1993) 1110–1112. <https://doi.org/10.1063/1.108758>.
- [49] A.J. Wilkinson, Measuring strains using electron backscatter diffraction, in: *Electron Backscatter Diffraction. Mater. Sci.*, Springer Science & Business Media, 2000: pp. 231–246.
- [50] A.J. Wilkinson, Advances in SEM-based diffraction studies of defects and strains in semiconductors, *J. Electron Microsc.* (Tokyo). 49 (2000) 299–310. <https://doi.org/10.1093/oxfordjournals.jmicro.a023810>.
- [51] S. Villert, C. Maurice, C. Wyon, R. Fortunier, Accuracy assessment of elastic strain measurement by EBSD., *J. Microsc.* 233 (2009) 290–301. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2009.03120.x>.
- [52] C. Maurice, J.H. Driver, R. Fortunier, On solving the orientation gradient dependency of high angular resolution EBSD, *Ultramicroscopy.* 113 (2012) 171–181. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.10.013>.
- [53] T.B. Britton, A.J. Wilkinson, High resolution electron backscatter diffraction measurements of elastic strain variations in the presence of larger lattice rotations, *Ultramicroscopy.* 114 (2012) 82–95. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2012.01.004>.
- [54] T.J. Hardin, T.J. Ruggles, D.P. Koch, S.R. Niezgodna, D.T. Fullwood, E.R. Homer, Analysis of traction-free assumption in high-resolution EBSD measurements, *J. Microsc.* 260 (2015) 73–85. <https://doi.org/10.1111/jmi.12268>.

- [55] B. Britton, I. Holton, G. Meaden, D. Dingley, High angular resolution electron backscatter diffraction: measurement of strain in functional and structural materials, *Microsc. Anal.* 27 (2013) 8–13.
- [56] T.B. Britton, C. Maurice, R. Fortunier, J.H. Driver, A.P. Day, G. Meaden, D.J. Dingley, K. Mingard, A.J. Wilkinson, Factors affecting the accuracy of high resolution electron backscatter diffraction when using simulated patterns, *Ultramicroscopy*. 110 (2010) 1443–1453. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2010.08.001>.
- [57] T.B. Britton, J. Jiang, R. Clough, E. Tarleton, A.I. Kirkland, A.J. Wilkinson, Assessing the precision of strain measurements using electron backscatter diffraction – part 1: Detector assessment, *Ultramicroscopy*. 135 (2013) 126–135. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2013.08.005>.
- [58] V. Tong, J. Jiang, A.J. Wilkinson, T.B. Britton, The effect of pattern overlap on the accuracy of high resolution electron backscatter diffraction measurements, *Ultramicroscopy*. 155 (2015) 62–73. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2015.04.019>.
- [59] T.B. Britton, A.J. Wilkinson, Measurement of residual elastic strain and lattice rotations with high resolution electron backscatter diffraction, *Ultramicroscopy*. 111 (2011) 1395–1404. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.05.007>.
- [60] A.J. Wilkinson, G. Meaden, D.J. Dingley, Mapping strains at the nanoscale using electron back scatter diffraction, *Superlattices Microstruct.* 45 (2009) 285–294. <https://doi.org/10.1016/j.spmi.2008.10.046>.
- [61] B. Pan, Y. Wang, L. Tian, Automated initial guess in digital image correlation aided by Fourier–Mellin transform, *Opt. Eng.* 56 (2017) 0141031 1–7. <https://doi.org/10.1117/1.OE.56.1.014103>.
- [62] C. Zhu, K. Kaufmann, K.S. Vecchio, Novel remapping approach for HR-EBSD based on demons registration, *Ultramicroscopy*. 208 (2020) 112851. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2019.112851>.
- [63] A.J. Wilkinson, G. Meaden, D.J. Dingley, High resolution mapping of strains and rotations using electron backscatter diffraction, *Mater. Sci. Technol.* 22 (2006) 1271–1278. <https://doi.org/10.1179/174328406X130966>.
- [64] M.D. Vaudin, Y.B. Gerbig, S.J. Stranick, R.F. Cook, Comparison of nanoscale measurements of strain and stress using electron back scattered diffraction and confocal Raman microscopy, *Appl. Phys. Lett.* 93 (2008) 193116. <https://doi.org/10.1063/1.3026542>.
- [65] M.J. McLean, W.A. Osborn, In-situ elastic strain mapping during micromechanical testing using EBSD, *Ultramicroscopy*. 185 (2018) 21–26. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2017.11.007>.
- [66] E. Plancher, J. Petit, C. Maurice, V. Favier, L. Saintoyant, D. Loisonard, N. Rupin, J.-B. Marijon, O. Ulrich, M. Bornert, J.-S. Micha, O. Robach, O. Castelnau, On the Accuracy of Elastic Strain Field Measurements by Laue Microdiffraction and High-Resolution EBSD: a Cross-Validation Experiment, *Exp. Mech.* 56 (2016) 483–492. <https://doi.org/10.1007/s11340-015-0114-1>.
- [67] H. Yu, J. Liu, P. Karamched, A.J. Wilkinson, F. Hofmann, Mapping the full lattice strain tensor of a single dislocation by high angular resolution transmission Kikuchi diffraction (HR-TKD), *Scr. Mater.* 164 (2019) 36–41. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.12.039>.
- [68] T. Jäpel, Feasibility study on local elastic strain measurements with an EBSD pattern cross correlation method in elastic-plastically deforming materials, Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule (RWTH) Aachen, 2014. <http://publications.rwth-aachen.de/record/480096>.
- [69] C. Maurice, R. Fortunier, J. Driver, A. Day, K. Mingard, G. Meaden, Comments on the paper “Bragg’s law diffraction simulations for electron backscatter diffraction analysis” by Josh Kacher, Colin Landon, Brent L. Adams & David Fullwood, *Ultramicroscopy*. 110 (2010) 758–759. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2010.02.003>.
- [70] N.C. Krieger Lassen, Source point calibration from an arbitrary electron backscattering pattern, *J. Microsc.* 195 (1999) 204–211. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2818.1999.00581.x>.
- [71] D.J. Dingley, V. Randle, Microtexture determination by electron back-scatter diffraction, *J. Mater. Sci.* 27 (1992) 4545–4566. <https://doi.org/10.1007/BF01165988>.
- [72] A.P. Day, Developments in the EBSP technique and its applications to grain imaging, PhD Thesis, University of Bristol, 1993.

- [73] J. Hjelen, R. Ørsund, E. Hoel, P. Runde, T. Furu, E. Nes, EBSD, *Progress in Technique and Applications, Textures Microstruct.* 20 (1993) 29–40.
- [74] D.A. Carpenter, J.L. Pugh, G.D. Richardson, L.R. Mooney, Determination of pattern centre in EBSD using the moving-screen technique, *J. Microsc.* 227 (2007) 246–247.
- [75] C. Maurice, K. Dzieciol, R. Fortunier, A method for accurate localisation of EBSD pattern centres, *Ultramicroscopy.* 111 (2011) 140–148. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2010.10.007>.
- [76] K. Mingard, A. Day, C. Maurice, P. Queded, Towards high accuracy calibration of electron backscatter diffraction systems, *Ultramicroscopy.* 111 (2011) 320–329. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.01.012>.
- [77] T. Tanaka, A.J. Wilkinson, Pattern matching analysis of electron backscatter diffraction patterns for pattern centre, crystal orientation and absolute elastic strain determination – accuracy and precision assessment, *Ultramicroscopy.* 202 (2019) 87–99. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2019.04.006>.
- [78] J. Basinger, D. Fullwood, J. Kacher, B. Adams, Pattern Center Determination in Electron Backscatter Diffraction Microscopy, *Microsc. Microanal.* 17 (2011) 330–340. <https://doi.org/10.1017/S1431927611000389>.
- [79] E.L. Pang, P.M. Larsen, C.A. Schuh, Global optimization for accurate determination of EBSD pattern centers, *Ultramicroscopy.* 209 (2020) 112876. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2019.112876>.
- [80] J. Kacher, C. Landon, B.L. Adams, D. Fullwood, Bragg’s Law diffraction simulations for electron backscatter diffraction analysis, *Ultramicroscopy.* 109 (2009) 1148–1156. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2009.04.007>.
- [81] S.R. Niezgodna, R.J. McCabe, C.N. Tomé, Quantification of strain and orientation measurement error in cross-correlation EBSD in hexagonal close-packed materials, *Scr. Mater.* 67 (2012) 818–821. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.07.036>.
- [82] T. Vermeij, M. De Graef, J. Hoefnagels, Demonstrating the potential of accurate absolute cross-grain stress and orientation correlation using electron backscatter diffraction, *Scr. Mater.* 162 (2019) 266–271. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.11.030>.
- [83] D.C. Brown, Close-range camera calibration, *Photogramm. Eng.* 37 (1971) 855–866.
- [84] D.H. Brown, Decentering distortion of lenses, *Photom. Eng.* 32 (1966) 444–462.
- [85] A.E. Conrady, Decentering lens systems, *Mon. Not. R. Astron. Soc.* 79 (1919) 384–390. <https://doi.org/10.1093/mnras/79.5.384>.
- [86] P. Drap, J. Lefèvre, An Exact Formula for Calculating Inverse Radial Lens Distortions, *Sensors.* 16 (2016). <https://doi.org/10.3390/s16060807>.
- [87] R. Tsai, A versatile camera calibration technique for high-accuracy 3D machine vision metrology using off-the-shelf TV cameras and lenses, *IEEE J. Robot. Autom.* 3 (1987) 323–344. <https://doi.org/10.1109/JRA.1987.1087109>.
- [88] S. Yoneyama, H. Kikuta, A. Kitagawa, K. Kitamura, Lens distortion correction for digital image correlation by measuring rigid body displacement, *Opt. Eng.* 45 (2006) 023602. <https://doi.org/10.1117/1.2168411>.
- [89] J. Wang, F. Shi, J. Zhang, Y. Liu, A new calibration model of camera lens distortion, *Pattern Recognit.* 41 (2008) 607–615. <https://doi.org/10.1016/j.patcog.2007.06.012>.
- [90] B. Beausir, J.-J. Fundenerger, Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, ATEX - software, Université de Lorraine, Metz, 2017. www.atex-software.eu.
- [91] T.J. Ruggles, G.F. Bomarito, R.L. Qiu, J.D. Hochhalter, New levels of high angular resolution EBSD performance via inverse compositional Gauss–Newton based digital image correlation, *Ultramicroscopy.* 195 (2018) 85–92. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2018.08.020>.
- [92] T. Vermeij, J.P.M. Hoefnagels, A consistent full-field integrated DIC framework for HR-EBSD, *Ultramicroscopy.* 191 (2018) 44–50. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2018.05.001>.
- [93] Q. Shi, S. Roux, F. Latourte, F. Hild, Estimation of elastic strain by integrated image correlation on electron diffraction patterns, *Ultramicroscopy.* 199 (2019) 16–33. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2019.02.001>.

- [94] C. Ernould, B. Beausir, J.-J. Fundenberger, V. Taupin, E. Bouzy, Integrated correction of optical distortions for global HR-EBSD techniques, *Ultramicroscopy*. (soumis) (2020).
- [95] L.G. Brown, A survey of image registration techniques, *ACM Comput. Surv.* 24 (1992) 325–376. <https://doi.org/10.1145/146370.146374>.
- [96] B. Zitová, J. Flusser, Image registration methods: a survey, *Image Vis. Comput.* 21 (2003) 977–1000. [https://doi.org/10.1016/S0262-8856\(03\)00137-9](https://doi.org/10.1016/S0262-8856(03)00137-9).
- [97] B. Pan, K. Qian, H. Xie, A. Asundi, Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review, *Meas. Sci. Technol.* 20 (2009) 062001. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/20/6/062001>.
- [98] B. Pan, Digital image correlation for surface deformation measurement: historical developments, recent advances and future goals, *Meas. Sci. Technol.* 29 (2018) 082001. <https://doi.org/10.1088/1361-6501/aac55b>.
- [99] M.A. Sutton, J.J. Ortu, H. Schreier, *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements: Basic Concepts, Theory and Applications*, Springer US, 2009. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-78747-3>.
- [100] J. Sánchez, The Inverse Compositional Algorithm for Parametric Registration, *Image Process. Line.* 6 (2016) 212–232. <https://doi.org/10.5201/ipol.2016.153>.
- [101] R. Hartley, A. Zisserman, *Projective Geometry and Transformations of 2D*, *Mult. View Geom. Comput. Vis.* (2004). <https://doi.org/10.1017/CBO9780511811685.005>.
- [102] S. Baker, I. Matthews, Lucas-Kanade 20 Years On: A Unifying Framework, *Int. J. Comput. Vis.* 56 (2004) 221–255. <https://doi.org/10.1023/B:VISI.0000011205.11775.fd>.
- [103] H.A. Bruck, S.R. McNeill, M.A. Sutton, W.H. Peters, Digital image correlation using Newton-Raphson method of partial differential correction, *Exp. Mech.* 29 (1989) 261–267. <https://doi.org/10.1007/BF02321405>.
- [104] S. Baker, I. Matthews, Equivalence and efficiency of image alignment algorithms, in: *Proc. 2001 IEEE Comput. Soc. Conf. Comput. Vis. Pattern Recognit. CVPR 2001*, 2001: pp. 1–8. <https://doi.org/10.1109/CVPR.2001.990652>.
- [105] B.D. Lucas, T. Kanade, An Iterative Image Registration Technique with an Application to Stereo Vision, *Proc. 7th Int. Jt. Conf. Artif. Intell. IJCAI 81*. (1981) 674–679.
- [106] B. Pan, K. Li, W. Tong, Fast, Robust and Accurate Digital Image Correlation Calculation Without Redundant Computations, *Exp. Mech.* 53 (2013) 1277–1289. <https://doi.org/10.1007/s11340-013-9717-6>.
- [107] X. Shao, X. Dai, X. He, Noise robustness and parallel computation of the inverse compositional Gauss–Newton algorithm in digital image correlation, *Opt. Lasers Eng.* 71 (2015) 9–19. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2015.03.005>.
- [108] F. Hild, S. Roux, Comparison of Local and Global Approaches to Digital Image Correlation, *Exp. Mech.* 52 (2012) 1503–1519. <https://doi.org/10.1007/s11340-012-9603-7>.
- [109] J. Blaber, B. Adair, A. Antoniou, Ncorr: Open-Source 2D Digital Image Correlation Matlab Software, *Exp. Mech.* 55 (2015) 1105–1122. <https://doi.org/10.1007/s11340-015-0009-1>.
- [110] L. Zhang, T. Wang, Z. Jiang, Q. Kemaoy, Y. Liu, Z. Liu, L. Tang, S. Dong, High accuracy digital image correlation powered by GPU-based parallel computing, *Opt. Lasers Eng.* 69 (2015) 7–12. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2015.01.012>.
- [111] B. Pan, An Evaluation of Convergence Criteria for Digital Image Correlation Using Inverse Compositional Gauss–Newton Algorithm, *Strain.* 50 (2014) 48–56. <https://doi.org/10.1111/str.12066>.
- [112] B. Pan, Reliability-guided digital image correlation for image deformation measurement, *Appl. Opt.* 48 (2009) 1535–1542. <https://doi.org/10.1364/AO.48.001535>.
- [113] B. Pan, H. Xie, Z. Wang, Equivalence of digital image correlation criteria for pattern matching, *Appl. Opt.* 49 (2010) 5501–5509. <https://doi.org/10.1364/AO.49.005501>.

- [114] S. Derrode, F. Ghorbel, Robust and Efficient Fourier–Mellin Transform Approximations for Gray-Level Image Reconstruction and Complete Invariant Description, *Comput. Vis. Image Underst.* 83 (2001) 57–78. <https://doi.org/10.1006/cviu.2001.0922>.
- [115] B.S. Reddy, B.N. Chatterji, An FFT-based technique for translation, rotation, and scale-invariant image registration, *IEEE Trans. Image Process. Publ. IEEE Signal Process. Soc.* 5 (1996) 1266–1271. <https://doi.org/10.1109/83.506761>.
- [116] P.R. Smith, Bilinear interpolation of digital images, *Ultramicroscopy.* 6 (1981) 201–204. [https://doi.org/10.1016/S0304-3991\(81\)80199-4](https://doi.org/10.1016/S0304-3991(81)80199-4).
- [117] Z. Tang, R. Grompone von Gioi, P. Monasse, J.-M. Morel, A Precision Analysis of Camera Distortion Models, *IEEE Trans. Image Process.* 26 (2017) 2694–2704. <https://doi.org/10.1109/TIP.2017.2686001>.
- [118] S. Ma, J. Pang, Q. Ma, The systematic error in digital image correlation induced by self-heating of a digital camera, *Meas. Sci. Technol.* 23 (2012) 025403. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/23/2/025403>.
- [119] C. Ernould, B. Beausir, J.-J. Fundenberger, V. Taupin, E. Bouzy, Global DIC approach guided by a cross-correlation based initial guess for HR-EBSD and on-axis HR-TKD, *Acta Mater.* 191 (2020) 131–148. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.03.026>.
- [120] J.W. Cooley, J.W. Tukey, An Algorithm for the Machine Calculation of Complex Fourier Series, *Math. Comput.* 19 (1965) 297–301. <https://doi.org/10.2307/2003354>.
- [121] D. Harel, Y. Feldman, *Algorithmics - The Spirit of Computing*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1987.
- [122] G. Wolberg, S. Zokai, Robust image registration using log-polar transform, in: *Proc. 2000 Int. Conf. Image Process. Cat No00CH37101*, 2000: pp. 493–496 vol.1. <https://doi.org/10.1109/ICIP.2000.901003>.
- [123] J.-E. Dufour, F. Hild, S. Roux, Integrated digital image correlation for the evaluation and correction of optical distortions, *Opt. Lasers Eng.* 56 (2014) 121–133. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2013.12.015>.
- [124] S. Singh, F. Ram, M.D. Graef, EMsoft: open source software for electron diffraction/image simulations, *Microsc. Microanal.* 23 (2017) 212–213. <https://doi.org/10.1017/S143192761700174X>.
- [125] M. Bornert, P. Doumalin, J.-C. Dupré, C. Poilane, L. Robert, E. Toussaint, B. Wattrisse, Shortcut in DIC error assessment induced by image interpolation used for subpixel shifting, *Opt. Lasers Eng.* 91 (2017) 124–133. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2016.11.014>.
- [126] Y. Su, Q. Zhang, Z. Fang, Y. Wang, Y. Liu, S. Wu, Elimination of systematic error in digital image correlation caused by intensity interpolation by introducing position randomness to subset points, *Opt. Lasers Eng.* 114 (2019) 60–75. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2018.10.012>.
- [127] B. Pan, L. Yu, D. Wu, L. Tang, Systematic errors in two-dimensional digital image correlation due to lens distortion, *Opt. Lasers Eng.* 51 (2013) 140–147. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2012.08.012>.
- [128] B. Pan, L. Yu, D. Wu, High-Accuracy 2D Digital Image Correlation Measurements with Bilateral Telecentric Lenses: Error Analysis and Experimental Verification, *Exp. Mech.* 53 (2013) 1719–1733. <https://doi.org/10.1007/s11340-013-9774-x>.
- [129] F. Brisset, M. Repoux, J. Ruste, F. Grillon, F. Robaut, *Microscopie électronique à balayage et microanalyses*, EDP Sciences, 2008.
- [130] J.F. Nye, Some geometrical relations in dislocated crystals, *Acta Metall.* 1 (1953) 153–162. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(53\)90054-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(53)90054-6).
- [131] E. Kröner, *Kontinuumstheorie der Versetzungen und Eigenspannungen*, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1958. <https://www.springer.com/de/book/9783540022619>.
- [132] W. Pantleon, Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction, *Scr. Mater.* 58 (2008) 994–997. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.01.050>.
- [133] A. Béché, *Mesure de déformation à l'échelle nanométrique par microscopie électronique en transmission*, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2009. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00489867>.

- [134] S. de Gironcoli, P. Giannozzi, S. Baroni, Structure and thermodynamics of SixGe_{1-x} alloys from ab initio Monte Carlo simulations, *Phys. Rev. Lett.* 66 (1991) 2116–2119. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.66.2116>.
- [135] M.E. Levinshtein, S.L. Rumyantsev, M.S. Shur, *Properties of Advanced Semiconductor Materials: GaN, AlN, InN, BN, SiC, SiGe*, John Wiley & Sons, Inc., New York, 2001.
- [136] J. Alkorta, Limits of simulation based high resolution EBSD, *Ultramicroscopy*. 131 (2013) 33–38. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2013.03.020>.
- [137] H. Mansour, *Caractérisation des défauts cristallins au MEB par canalisation d'électrons assistée par diagrammes pseudo-Kikuchi haute résolution : application à l'acier IF, UO₂ et TiAl*, Thèse de doctorat, Université de Lorraine, 2016. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01611807>.
- [138] A. Polian, M. Grimsditch, I. Grzegory, Elastic constants of gallium nitride, *J. Appl. Phys.* 79 (1996) 3343–3344. <https://doi.org/10.1063/1.361236>.
- [139] S. Zaeferrer, N.-N. Elhami, Theory and application of electron channelling contrast imaging under controlled diffraction conditions, *Acta Mater.* 75 (2014) 20–50. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.04.018>.
- [140] H. Mansour, J. Guyon, M.A. Crimp, N. Gey, B. Beausir, N. Maloufi, Accurate electron channeling contrast analysis of dislocations in fine grained bulk materials, *Scr. Mater.* 84–85 (2014) 11–14. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.03.001>.
- [141] J. Guyon, H. Mansour, N. Gey, M.A. Crimp, S. Chalal, N. Maloufi, Sub-micron resolution selected area electron channeling patterns, *Ultramicroscopy*. 149 (2015) 34–44. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2014.11.004>.
- [142] Y. Estrin, A. Vinogradov, Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science, *Acta Mater.* 61 (2013) 782–817. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.038>.
- [143] Y.T. Tang, P. Karamched, J. Liu, J.C. Haley, R.C. Reed, A.J. Wilkinson, Grain boundary serration in nickel alloy inconel 600: Quantification and mechanisms, *Acta Mater.* 181 (2019) 352–366. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.09.037>.
- [144] C. Ernould, B. Beausir, J.-J. Fundenberger, V. Taupin, E. Bouzy, Characterization at high spatial and angular resolutions of deformed nanostructures by on-axis HR-TKD, *Scr. Mater.* 185 (2020) 30–35. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.04.005>.
- [145] A.J. Wilkinson, D. Randman, Determination of elastic strain fields and geometrically necessary dislocation distributions near nanoindentations using electron back scatter diffraction, *Philos. Mag.* 90 (2010) 1159–1177. <https://doi.org/10.1080/14786430903304145>.
- [146] J. Jiang, T.B. Britton, A.J. Wilkinson, The orientation and strain dependence of dislocation structure evolution in monotonically deformed polycrystalline copper, *Int. J. Plast.* 69 (2015) 102–117. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2015.02.005>.
- [147] Usuda, Numata, Tezuka, Sugiyama, Moriyama, Nakaharai, Takagi, Strain evaluation for thin strained-Si on SGOI and strained-Si on nothing (SSON) structures using nano-beam electron diffraction (NBD), in: 2003 IEEE Int. Conf. SOI, 2003: pp. 138–139. <https://doi.org/10.1109/SOI.2003.1242928>.
- [148] A. Béch e, J.L. Rouvi ere, L. Cl ement, J.M. Hartmann, Improved precision in strain measurement using nanobeam electron diffraction, *Appl. Phys. Lett.* 95 (2009) 123114. <https://doi.org/10.1063/1.3224886>.
- [149] D. Cooper, T. Denneulin, N. Bernier, A. B ech e, J.-L. Rouvi ere, Strain mapping of semiconductor specimens with nm-scale resolution in a transmission electron microscope, *Micron*. 80 (2016) 145–165. <https://doi.org/10.1016/j.micron.2015.09.001>.
- [150] J.-L. Rouvi ere, A. B ech e, Y. Martin, T. Denneulin, D. Cooper, Improved strain precision with high spatial resolution using nanobeam precession electron diffraction, *Appl. Phys. Lett.* 103 (2013) 241913. <https://doi.org/10.1063/1.4829154>.
- [151] R.G. Mariano, A. Yau, J.T. McKeown, M. Kumar, M.W. Kanan, Comparing Scanning Electron Microscope and Transmission Electron Microscope Grain Mapping Techniques Applied to Well-Defined and Highly Irregular Nanoparticles, *ACS Omega*. 5 (2020) 2791–2799. <https://doi.org/10.1021/acsomega.9b03505>.

- [152] E.F. Rauch, M. Veron, Coupled microstructural observations and local texture measurements with an automated crystallographic orientation mapping tool attached to a tem, *Mater. Werkst.* 36 (2005) 552–556. <https://doi.org/10.1002/mawe.200500923>.
- [153] A. Morawiec, E. Bouzy, H. Paul, J.J. Fundenberger, Orientation precision of TEM-based orientation mapping techniques, *Ultramicroscopy*. 136 (2014) 107–118. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2013.08.008>.
- [154] E.F. Rauch, M. Véron, Automated crystal orientation and phase mapping in TEM, *Mater. Charact.* 98 (2014) 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2014.08.010>.
- [155] A.C. Leff, C.R. Weinberger, M.L. Taheri, Estimation of dislocation density from precession electron diffraction data using the Nye tensor, *Ultramicroscopy*. 153 (2015) 9–21. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2015.02.002>.
- [156] S. Zaefferer, R.A. Schwarzer, Automated Measurement of Single Grain Orientations in the TEM, *Zeitschrift Für Met.* 85 (1994) 585–591.
- [157] J.-J. Fundenberger, A. Morawiec, E. Bouzy, J.S. Lecomte, Polycrystal orientation maps from TEM, *Ultramicroscopy*. 96 (2003) 127–137. [https://doi.org/10.1016/S0304-3991\(02\)00435-7](https://doi.org/10.1016/S0304-3991(02)00435-7).