

Imagerie Cohérente en condition de Bragg cas d'échantillons fortement déformés

Sommaire

5.1	Principes généraux de la reconstruction de phase	134
5.1.1	Echantillonnage	134
5.1.2	Algorithmique	136
5.1.3	Détermination du support	139
5.1.4	Affinement dynamique du support : ShrinkWrap	140
5.2	Etude numérique : Cas d' échantillons fortement déformés	142
5.2.1	Influence du niveau de déformation de l'objet - Cas 2D	142
5.2.2	Analyse quantitative des résultats	146
5.2.3	Discussion	152
5.3	Aspects numériques et temps de calcul	154
5.4	Revue de la littérature - Reconstruction de phase en géométrie de Bragg	158
5.4.1	Travaux 2D	158
5.4.2	Travaux 3D	161
5.4.3	Conclusion	164
5.5	Application aux données collectées sur les films polycristallins d'or	165
5.5.1	Reconstruction SW sur grain de S1	166
5.5.2	Reconstruction 3D en température sur le grain #g1 de P3 . .	168
5.5.3	Discussion méthodologique	175
5.6	Techniques connexes et problématiques émergentes	177
5.6.1	Holographie	177
5.6.2	Ptychographie	178

Le grain #g1 de P3 a été mesuré de manière très précise dans l'espace réciproque. Est-il possible d'obtenir des informations supplémentaires concernant ses hétérogénéités internes de déformation avec ses mesures? Comme ce grain a été illuminé par un faisceau cohérent, l'amplitude diffractée à proximité d'un noeud de l'espace réciproque peut être vu comme une transformée de Fourier. La connaissance éventuelle de l'amplitude complexe implique donc la connaissance du champ de déplacement à l'intérieur de l'objet projeté sur $\vec{G}$.

$$f_0(\vec{r})e^{i\vec{G} \cdot \vec{u}(\vec{r})} = TF^{-1}\{A(\vec{q})\} \quad (5.1)$$

Malheureusement, seul le module de l'amplitude complexe est accessible expérimentalement. Ainsi, les informations liées au champ de déformation ne sont plus accessibles directement. Néanmoins, la nouvelle technique expérimentale connue sous le nom d' imagerie X Coherente (CXRI) semble être capable de surmonter cet obstacle. Son principe essentiel est de tirer avantage d'une extension du théorème d'échantillonnage de Shannon. Il est alors possible sous certaines conditions de reconstruire la phase de l'onde diffractée par l'intermédiaire d'algorithmes spécifiques. Le champ de déplacement peut alors être déduit de cette phase de l'onde diffusée.

Ce chapitre est entièrement consacré à cette technique d'analyse des données. Dans un premier temps, les principes généraux de la reconstruction de phase seront décrits : échantillonnage, algorithmes Une étude numérique de la procédure sera ensuite esquissée dans le cas d'échantillons fortement déformés. Cette étude numérique permettra d'illustrer et de préciser les différentes difficultés de la technique : convergence, influence du bruit, de l'échantillonnage... Cette étude sera suivie d'une revue de la littérature concernant l'imagerie cohérente en condition de Bragg. Tous ces points préalables permettront de mettre en perspective les différents choix effectués pour traiter les données expérimentales de diffraction cohérente obtenues sur les échantillons polycristallins. Des reconstructions 3D sur le grain #g1 lors du cycle thermique seront notamment décrites.

5.1 Principes généraux de la reconstruction de phase

La diffraction cinématique et la théorie du signal sont liées dans leurs formalismes respectifs par l'importance de la transformée de Fourier. L'espace fréquentiel et l'espace temporel de la théorie du signal sont les pendants de l'espace direct et réciproque de la diffraction. En utilisant la terminologie du traitement du signal, un cristal de taille fini peut être vu comme un signal de support fini (donc de carré sommable), l'amplitude diffractée comme le spectre du signal, l'intensité comme la densité spectrale de puissance.

5.1.1 Echantillonnage

La technique de reconstruction de phase est typiquement une technique de théorie du signal qui a été transposée à la diffraction. L'inversion est basée sur la notion centrale d'échantillonnage d'un signal.

Echantillonnage de Shannon Soit un signal $\rho(r)$ de carré sommable et $A(q)$ sa transformée de Fourier continue. Le signal $\rho(r)$ est à support fini, il possède donc une dimension limite r_0 . Le signal est inconnu et sa transformée de Fourier peut être mesurée seulement sur un réseau régulier de points : elle est échantillonnée. Cette discrétisation fait-elle perdre de l'information ? C'est là qu'intervient la notion d'échantillonnage de Shannon. Le théorème de Shannon stipule que :

Le signal $A(q)$ est parfaitement connue si celui-ci est connu sur une série de point espacés d'une valeur q_s inférieure à $1/r_0$.

De plus, le signal peut être parfaitement reconstruit en utilisant la formule d'interpolation de Whittaker-Shannon :

$$A(q) = \sum_{n=-\infty}^{+\infty} A(nT) \cdot \text{sinc} \left(\frac{(q - nT)}{2T} \right) \quad \text{où } T < \frac{1}{r_0} \quad (5.2)$$

La connaissance parfaite (de manière continue) du signal $A(q)$ induit la connaissance rigoureuse du signal $\rho(r)$ par transformée de Fourier continue. L'exemple d'un objet

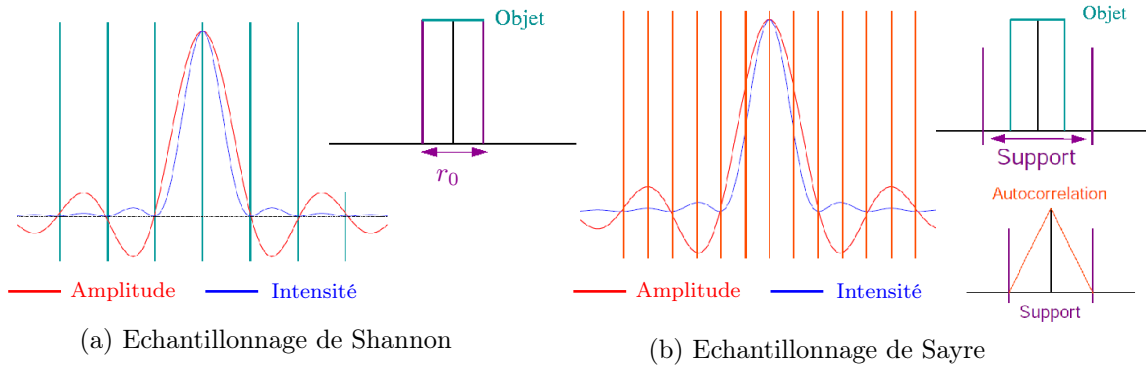


FIG. 5.1 – Illustration de l'échantillonnage sur un sinus cardinal 1D, transformée de Fourier d'une porte

$\rho(r)$ en forme de porte est instructif. Sa transformée de Fourier est un sinus cardinal (figure 5.1a). Un échantillonnage de Shannon correspond à la connaissance d'au moins un point sur chaque frange. En dessous de cet échantillonnage, il est logique de perdre l'information sur l'objet $\rho(r)$ puisque les franges ne sont plus résolues.

Cas d'une mesure restreinte dans l'espace fréquentiel Dans la pratique, il est impossible d'échantillonner le signal jusqu'à l'infini, et de calculer la transformée de Fourier continue (somme infinie également). En généralisant l'approche développée §. 2.5.1, et en considérant une super-maille composée de m atomes, le vecteur position peut s'écrire :

$$\vec{r} = \vec{R}_n + \vec{R}_m + \vec{u}$$

L'amplitude diffractée peut alors s'écrire à proximité d'un noeud de Bragg :

$$A(q) \simeq \sum_{n=0}^N \left(\sum_{m=0}^{Maille} f_n(\vec{G}) e^{i\vec{G} \cdot \vec{R}_m} e^{i\vec{G} \cdot \vec{u}} \right) e^{i\vec{q} \cdot \vec{R}_n} \quad (5.3)$$

$$\simeq \sum_{n=0}^N \left(\sum_{m=0}^{Maille} f_n(\vec{G}) e^{i\vec{G} \cdot \vec{u}} \right) e^{i\vec{q} \cdot \vec{R}_n} \text{ puisque } e^{i\vec{G} \cdot \vec{R}_m} = 1 \quad (5.4)$$

On reconnaît une série de Fourier. On retombe sur l'hypothèse de Takagi, mais cette fois on considère le champ homogène dans la super-maille.

Echantillonnage de Sayre Lorsque seule l'intensité de la transformée de Fourier du signal est disponible, la moitié des informations sur l'objet est perdue. L'extension introduite par Sayre stipule alors que le signal peut être reconstruit si l'intensité du signal de Fourier est enregistrée avec une cadence d'échantillonnage deux fois supérieure à la cadence de Shannon $q_{min} < \frac{1}{2r_0}$ [Sayre 1952]. Trivialement, si l'objet présente N inconnues. Il faut avoir au minimum $2N$ points de mesure sur l'amplitude de sa transformée de Fourier pour reconstruire le signal. En reprenant l'exemple du signal en forme de porte, l'intensité diffractée est un sinus cardinal au carré. Il faut désormais décrire le signal avec au moins deux points par frange pour obtenir toute l'information nécessaire (figure 5.1b).

Généralisation à 2D et 3D Cette notion a ensuite été élargie aux cas complexes et multi-dimensionnels. Il a été montré qu'il est possible de reconstruire de tels signaux si cette condition de sur-échantillonnage $\sigma^{Over} > 2$ est satisfaite. Avec des données 2D ou 3D, le rapport d'échantillonnage est défini comme le rapport :

$$\sigma^{Over} = \frac{\text{Nombre de mesures}}{\text{Nombre de points décrivant l'objet}} \quad (5.5)$$

De la même manière, il s'agit d'un rapport entre le nombre de points de mesure et le nombre d'inconnues. Cette notion de sur-échantillonnage 3D est discutée en détail dans l'article [Miao 1998]. Il est possible que $\sigma_{3D}^{Over} = \sigma_x \times \sigma_y \times \sigma_z$ soit largement supérieur à 2, mais que dans une direction $\sigma_i < 1$. Dans ce cas la reconstruction sera partielle. Il y aura alors recouvrement des informations sur une partie du support dans cette direction.

5.1.2 Algorithmique

Si la condition d'échantillonnage de Sayre est satisfaite, il est possible de reconstruire la phase de l'onde diffractée. Ceci constitue une démonstration de possibilité. Mais contrairement au cas de l'échantillonnage classique de Shannon (Eq. 5.2), il n'existe pas de formule directe pour trouver cette phase manquante. Numériquement, le problème est ardu. Il s'agit d'une tâche d'optimisation non linéaire, avec de nombreuses variables. Le nombre de variables doit en outre être ajusté. Ces difficultés ont été surmontées par l'emploi d'algorithmes itératifs qui sont décrits ici.

5.1.2.1 Les algorithmes classiques

La structure actuelle des algorithmes s'est affinée progressivement. Les travaux de Gerchberg et Saxton sont les travaux pionniers [Gerchberg 1972]. Il s'agit d'un travail relatif à des mesures de microscopie électronique, où à la fois l'amplitude dans l'espace réciproque (diffraction) et dans l'espace direct (image) sont accessibles expérimentalement. La phase de l'onde perdue contient l'information recherchée. Une stratégie numérique a donc été mise en place pour la retrouver. Les amplitudes munies de leur phase dans les deux espaces sont reliées par transformée de Fourier directe ou inverse. Ainsi, une structure itérative (algorithme GS) entre espace di-

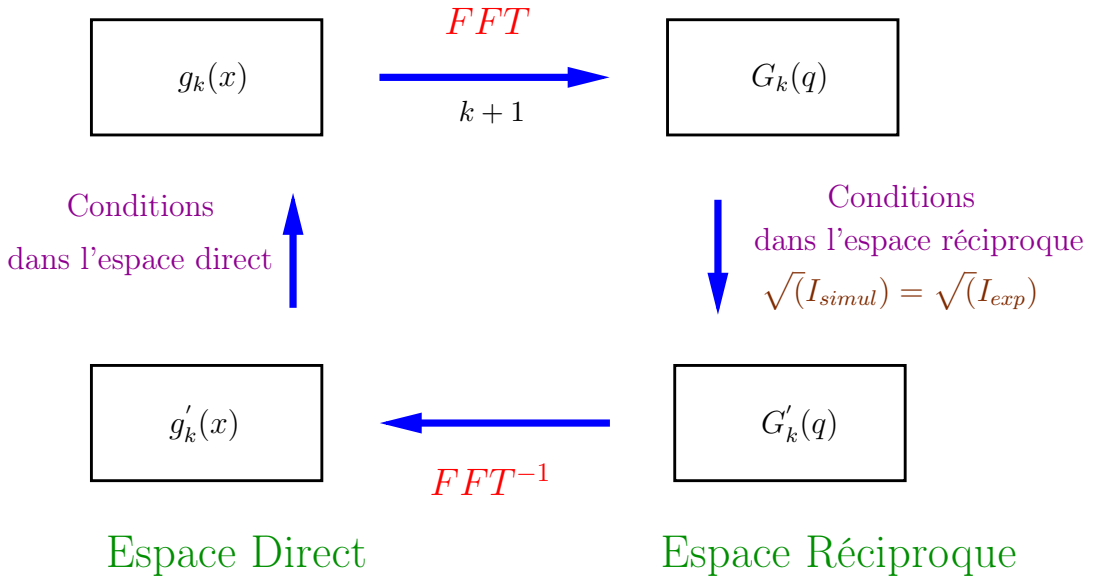


FIG. 5.2 – Architectures générales des algorithmes d'inversion

rect et espace réciproque a été proposée (fig. 5.2). A partir d'un estimé initial de phase, l'objet complexe est calculé par transformée de Fourier inverse. Une amplitude quelconque est reconstruite. Lors de cette première boucle, cette amplitude (ou forme) ne correspond pas forcément à la forme de l'objet. L'amplitude reconstruite est alors modifiée pour la faire correspondre à la mesure expérimentale. La phase est laissée inchangée. Avec cet objet corrigé, l'amplitude réciproque est recalculée par transformée de Fourier. De la même manière, l'amplitude diffractée ne correspond pas parfaitement à celle mesurée. Elle est donc recalée. Ce processus entre les deux espaces est répété un certain nombre de fois jusqu'à ce que les amplitudes reconstruites et expérimentales soient très proches. A la fin de la procédure, la phase de l'objet et de l'onde sont reconstruites.

Cette structure itérative a été généralisée au cas où seule l'amplitude dans l'espace réciproque est disponible. Les travaux de Fienup dans les années 80 ont posé les bases des procédures utilisées aujourd'hui [Fienup 1978, Fienup 1982, Fienup 1986,

Fienup 1987]. Cette fois-ci, il n'y a pas d'information dans l'espace direct. La notion de support a donc été introduite dans l'algorithme *Error Reduction*. Le support correspond à une forme à l'intérieur de laquelle l'objet est incluse. La densité de l'objet doit être nulle à l'extérieur de ce support. La densité est donc forcée à zéro. Cette condition, en reprennant les notations introduites figure 5.2, se résume en :

$$\begin{cases} g_{k+1}(\vec{r}) = g'_k(\vec{r}) & \text{si } \vec{r} \in \text{Support} \\ g_{k+1}(\vec{r}) = 0 & \text{si } \vec{r} \notin \text{Support} \end{cases} \quad (5.6)$$

Dans l'espace de Fourier, la condition sur l'amplitude reconstruite est la même que dans l'algorithme GS

$$|G_{k+1}(\vec{q})| = |A_{recons}(\vec{q})| = \sqrt{I_{exp}(\vec{q})} \quad (5.7)$$

Cet algorithme *Error Reduction* sera désigné par la notation courte ER dans la suite. Un paramètre caractérisant la vraisemblance entre l'amplitude du pic reconstruit et expérimental est introduit. L'erreur métrique est l'écart quadratique moyen entre ces deux amplitudes :

$$E_r^2 = \frac{\sum (|A_r(q)| - \sqrt{I_{exp}})^2}{\sum I_{exp}} \quad (5.8)$$

Ce paramètre est un indicateur de la qualité de la reconstruction. Il est considéré comme un critère de convergence. Une bonne erreur métrique ($< 10^{-3}$) signifie que moyennée sur tout le signal de diffraction, une erreur de moins de 0.1% entre les pixels est obtenue. Une bonne reconstruction aura donc une bonne erreur métrique. Dans la pratique, il a été observé que l'algorithme ER a tendance dans certains cas à être particulièrement lent. Des stagnations rédhitoires sont courantes avec une non évolution de l'erreur métrique. L'algorithme est en quelque sorte bloqué dans un minimum local.

Ainsi dès les travaux de Fienup, un algorithme plus performant a été implémenté. Il s'agit de l'algorithme nommé *Hybrid Input Output* qui sera désormais désigné HIO. Le HIO diffère dans la manière d'appliquer la condition dans l'espace direct. Les informations reconstruites sur la zone en dehors du support sont conservées. Elles sont soustraites lors de l'itération suivante moyennant un coefficient multiplicatif β .

$$\begin{cases} g_{k+1}(\vec{r}) = g'_k(\vec{r}) & \text{si } \vec{r} \in \text{Support} \\ g_{k+1}(\vec{r}) = g_k(\vec{r}) - \beta g'_k(\vec{r}) & \text{si } \vec{r} \notin \text{Support} \end{cases} \quad (5.9)$$

Le coefficient peut être entre 0 et 1. Il est souvent choisi entre 0.6 et 0.8. Il peut aussi être modifié en cours de reconstruction. Dans la pratique, cette adaptation est efficace et la convergence est rapide. Il introduit en quelque sorte à chaque itération une petite perturbation qui peut permettre de s'extraire d'un minimum local. Néanmoins parfois le HIO ne fonctionne pas. C'est pourquoi, une utilisation couplée des algorithmes ER et HIO est souvent privilégiée pour combiner les avantages des deux procédures.

Formalisme des projections Un algorithme HIO modifié a été introduit par la suite par Millane au début des années 90 [Millane 1990]. Plus récemment un formalisme plus général a été développé [Bauschke 2003, Elser 2003] basé sur le concept de projection sur des espaces de contraintes. Dans le cas de l'inversion qui est décrite ici, les espaces de contraintes sont des sous-ensembles Δ_i inclus dans l'ensemble général des fonctions de $L[\mathbb{R}^3; \mathbb{C}^3]$. Ces sous-ensembles peuvent être choisis caractéristiques d'une propriété quelconque de l'objet (positivité de la phase, de la densité ...). L'algorithme HIO correspond une projection particulière dans ce formalisme très général. Une comparaison approfondie de ces algorithmes modernes est réalisée dans l'article [Marchesini 2007]. Leur rapidité et leur faculté à s'extraire des minima locaux est précisément caractérisé. Il est également montré qu'une combinaison des $ER + HIO$ est assez robuste bien que moins rapide. Cette combinaison sera choisie lors reconstructions réalisées dans ce travail.

Remarque Ces algorithmes de reconstructions de phases sont particulièrement puissants. Leur point fort est de pouvoir faire un ajustement très précis du pic mesuré sans l'aide d'un modèle même avec un nombre de variables très important. A l'opposé, les techniques d'ajustement classiques nécessitent un modèle (phase polynomiale ...) et un nombre limité de variables. Il reste envisageable d'utiliser des techniques type recuits simulés ou Monte-Carlo. Un estimé assez proche de la phase est alors préférable. Cet estimé doit être déterminé par des caractérisations expérimentales ou théoriques préalables de l'objet.

5.1.3 Détermination du support

Le support introduit dans les algorithmes joue un rôle important. Il existe plusieurs techniques pour l'estimer. Dans certains cas, les dimensions de l'objet diffractant sont connues par une technique différente (microscopie électronique par exemple). Un support peut alors être créé à partir de cette connaissance. Sinon, lorsque l'objet n'est pas connu, il est possible d'approcher la forme de l'objet directement avec le signal de diffraction.

Techniques d'autocorrélation Le technique d'autocorrélation du signal de diffraction est classique pour déterminer la forme initiale du support. La fonction de Patterson, transformée de Fourier inverse de l'intensité, peut s'écrire comme le produit de convolution de la densité électronique

$$Patterson(\vec{r}) = \mathcal{F}^{-1}\{I(\vec{q})\} \quad (5.10)$$

$$= \mathcal{F}^{-1}\{A(\vec{q}) \cdot A^*(\vec{q})\} \quad (5.11)$$

$$= \mathcal{F}^{-1}\{\mathcal{F}(\rho(\vec{r})) \cdot \mathcal{F}(\rho(-\vec{r}))\} \quad (5.12)$$

$$= \rho(\vec{r}) \otimes \rho(-\vec{r}) \quad (5.13)$$

Ainsi la forme de l'autocorrélation contient une signature forte de la forme de l'objet. Trivialement à une dimension, le produit de convolution d'une porte par elle-même

donne un triangle de base deux fois plus large que la porte. Un seuillage à 50% permet de retrouver la forme initiale de l'objet. Dans le cas d'un objet 2D ou 3D possédant une densité non homogène, la forme de l'autocorrélation n'est plus si simple. Un seuillage adapté doit être réalisé pour que le support soit surestimé. Des techniques plus élaborées ont été imaginées pour obtenir un support plus étroit. La plus robuste est sans doute la technique de la triple intersection décrite dans l'article [Crimmins 1990].

Limites avec des objets déformés Dans le cas des objets déformés, la fonction de Patterson se réécrit :

$$\mathcal{F}^{-1}(I) = \rho(\vec{r})e^{i\vec{G} \cdot \vec{u}(\vec{r})} \otimes \rho(-\vec{r})e^{-i\vec{G} \cdot \vec{u}(-\vec{r})} \quad (5.14)$$

il ne s'agit plus d'un simple produit de convolution de la forme de l'objet. Les inhomogénéités de déformations via le champ de déplacement jouent un rôle important. Les hétérogénéités de déplacement élargissent le pic. Lorsque les déformations sont importantes, la figure de diffraction est très étendue dans l'espace réciproque. Ainsi, les informations sur les dimensions sont complètement brouillées. En conséquence, la Patterson sous-estime fortement la dimension de l'objet. Cette sous-estimation est irréversible! Travailler avec un support trop petit rend toute la procédure inopérante. Lorsqu'aucune information sur la forme de l'objet diffractant n'est disponible, il faut par défaut privilégier un support grand pour être sûr de ne pas le sous-estimer. En conclusion :

Pour un objet déformé, il ne faut pas utiliser un estimé initial de support obtenu par autocorrélation.

5.1.4 Affinement dynamique du support : ShrinkWrap

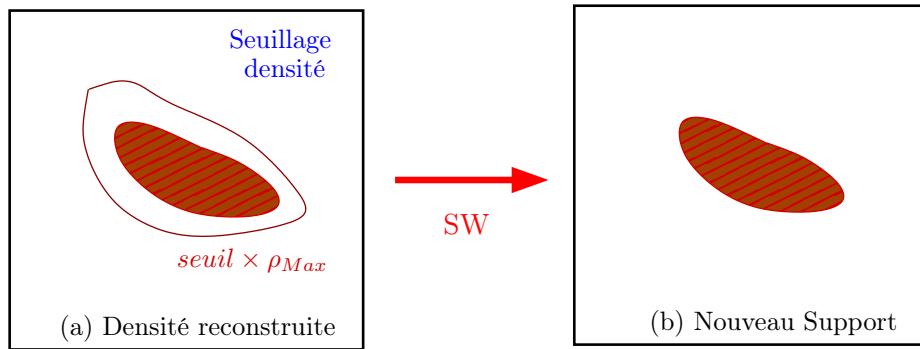


FIG. 5.3 – Principe de l'adaptation de support par l'algorithme shrink-wrap

Il est possible de modifier le support en cours de reconstruction. Cette méthode d'adaptation n'est pas à proprement parler un algorithme de reconstruction

de phase. Elle s'utilise plutôt en complément de ceux-ci. Elle a été introduite la première fois dans l'article [Marchesini 2003], dans le cas de reconstructions d'objet en imagerie à l'ordre zéro. Elle s'avère particulièrement efficace dans la pratique. Elle consiste à réduire le support au bout d'un certain nombre d'itérations entre l'espace direct et réciproque. Elle permet de réduire le nombre de variables laissées libres dans l'espace direct. Cette diminution du nombre de variables facilite grandement la convergence des procédures. Dans une problématique de reconstruction d'objets fortement déformés, cette méthode est particulièrement utile car comme démontré plus haut il est difficile de déterminer un support à partir des données de diffraction.

Dans la pratique comme brièvement schématisé figure 5.3, cette méthode consiste à effectuer un seuillage sur la densité reconstruite. Tous les pixels du support où la densité est faible, sont supprimés. Le seuil est choisi en général assez bas pour éviter de supprimer trop de variables, typiquement des seuils de 10 à 20% du maximum de ρ sont utilisées. Ce protocole est utilisable en 2D ou 3D. Dans la suite du chapitre, la méthode de shrink-wrap sera désignée par la notation SW.

5.2 Etude numérique : Cas d' échantillons fortement déformés

Pour illustrer ces techniques d'inversion, une étude sur des objets numériques 2D est dans un premier temps réalisée. Cette étude se concentrera sur l'influence du niveau de déformation sur la robustesse de la procédure. Tester les procédures de manière générale présente plusieurs difficultés majeures : le choix des algorithmes et des paramètres de réglage est large. Les calculs doivent être répétés dans les mêmes conditions plusieurs fois pour évaluer la sensibilité de l'approche vis à vis des phases aléatoires initiales. Les objets numériques doivent bien-sûr être le plus représentatif possible des conditions expérimentales.

Un cristal de forme irrégulière a été choisie. Il a été montré que les objets présentant des bords rectilignes sont plus facilement inversables [Fienup 1987]. Un tel objet test serait alors moins significatif. Des études complémentaires sur les algorithmes (projection, approche génétique...) et leurs paramètres (paramètres β du HIO ...) sont développées dans les thèses de G. Williams et A. Schropp [Williams 2004, Schropp 2007] sur divers objets non déformés.

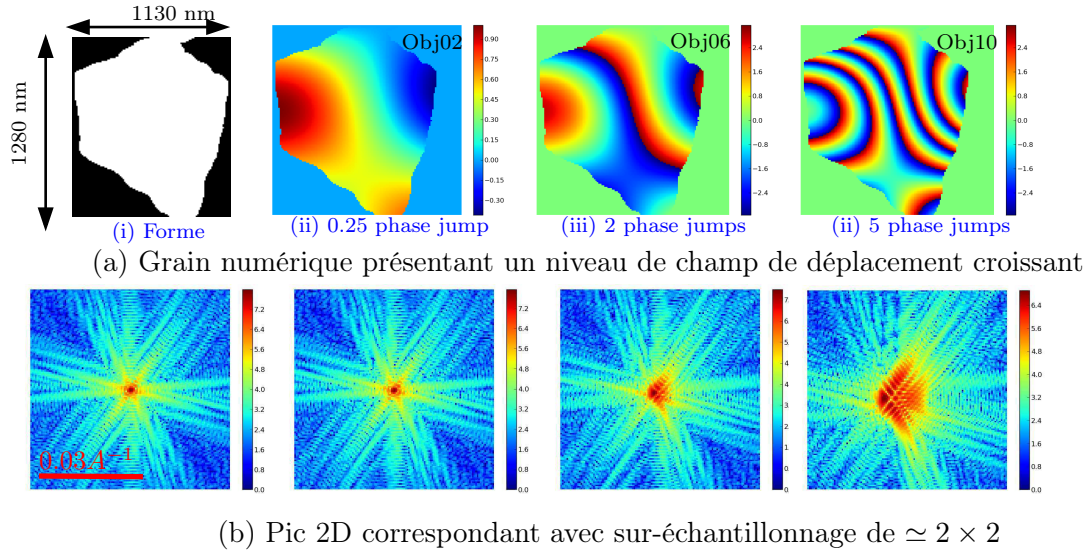


FIG. 5.4 – Description de l'échantillon numérique étudié

5.2.1 Influence du niveau de déformation de l'objet - Cas 2D

L'étude a été limitée à un cas 2D en variant le niveau de déformation, le sur-échantillonnage et le bruit de mesure. Aucune information sur l'objet n'est disponible. Une approche via adaptation de support SW sera adoptée.

Préparation des données de diffraction numérique Un objet présentant la même allure que le grain #g1 de P3 a été choisi. Une échelle a été choisie pour faciliter les comparaisons ($1280 \times 1130 \text{ nm}$). Ce choix de dimensionnement est facultatif : il s'agit ici uniquement de tester les algorithmes. Les champs de déplacement u_x et u_y choisis correspondent à deux sinusoides croisées de période différentes.

$$u_x(x, y) = a_0 \cos\left(\frac{2\pi x}{2l_x}\right) \cdot \cos\left(\frac{2\pi y}{1.5l_y}\right) \quad (5.15)$$

$$u_y(x, y) = a_0 \cos\left(\frac{2\pi x}{5l_x}\right) \cdot \cos\left(\frac{2\pi y}{4l_y}\right) \quad (5.16)$$

$$\phi(x, y) = G_{11} \cdot (\cos(45^\circ)u_x(x, y) + \sin(45^\circ)u_y(x, y)) \quad (5.17)$$

Le pic (11) sensible à ces deux composantes est alors calculé pour 12 niveaux de déformation. Ils sont obtenus en augmentant l'amplitude a_0 des sinusoides qui permet d'augmenter le niveau de déformation intra-grain. On notera que ces champs analytiques n'ont pas de sens physique particulier en terme mécanique. Compte-tenu de ces champs, plusieurs séries de pic de diffraction décrits avec des résolutions différentes sont calculés. La série nommée *Over4* correspond à un sur-échantillonnage dans les directions x et y de $\sigma_x^{Over} \times \sigma_y^{Over} = 2.0 \times 2.26$. Ces valeurs sont calculées en considérant les deux plus grandes dimensions de l'objet. L'échantillonnage surfacique est donc un peu plus important $\sigma_{2D}^{Over} = 6.60 = 2.7^2$. Dans ces conditions, l'extension dans l'espace réciproque vaut $\Delta q = 0.0627 \text{ \AA}^{-1}$ et la résolution de $\delta q = 2.45e^{-4} \text{ \AA}^{-1}$. Les pics de la famille *Over16* correspondent à un sur-échantillonnage de $\sigma_{2D}^{Over} = 26.5 = 5.13^2$, l'extension est la même mais la résolution de mesure est plus fine $\delta q = 1.22e^{-4} \text{ \AA}^{-1}$.

Pour la famille *Over4*, l'évolution du pic en fonction des déformations intra-grain est présentée dans la figure 5.4. Les valeurs des déplacements maximaux sont reportées dans le tableau (5.1). Pour de faibles niveaux de déformation, la tache évolue peu (obj02 très proche du pic correspondant à la forme). En revanche lorsque plusieurs sauts de phase sont présents, la tache est au contraire très distordue. Pour l'objet10, les six sauts de phases correspondent à un déplacement accumulé de 6 plans atomiques sur les 5309 plans que contient l'objet.

$$6 \times 2\pi = \vec{G}\vec{u} = \frac{2\pi}{d}u \Rightarrow u = 6d$$

Une pseudo-déformation moyenne équivalente de 0.113% correspondrait à ce décalage de 6 plans atomiques. Ces valeurs sont tout à fait compatibles avec les déformations résiduelles attendues dans les films d'or polycristallins étudiés (cf §. 4.2).

Sur l'ensemble des pics 2D calculés, un bruit de type poissonien en $\sqrt{I(q)}$ simulant le bruit de mesure est rajouté. Cette première série de pics sera nommée *Noise1*. Une seconde série de pics *Noise100* a été recalculée en divisant l'intensité par cent et en rajoutant ce même type bruit. On remarquera que l'adjonction de ce bruit poissonien, implique indirectement l'application d'un filtre passe-bas. En effet toute les valeurs de l'intensité inférieures à 1 sont transformées en zéro. Ce point

correspond à la réalité expérimentale, où la dynamique de mesure est forcément limitée. Au final pour le pic *Noise1 Obj10*, le maximum d'intensité est autour de $Imax \simeq 8e^7$. Cette valeur correspond à un rapport signal sur bruit de $\simeq 3000$. Le même pic pour *Noise100* aura une dynamique max de $\simeq 8e^5$ soit un rapport signal sur bruit de 300. On notera que le rapport signal sur bruit est différent sur chacun des pixels de la carte d'intensité. Un pixel situé à proximité immédiate du vecteur de Bragg réceptionnera beaucoup plus de photons et aura donc une meilleure statistique de mesure. Loin de la position de Bragg, le nombre de photons réceptionné est plus faible, le bruit a une plus grande influence. D'autre part, l'amplitude des hétérogénéités de déformation a une influence indirecte sur le rapport signal sur bruit via l'étalement de l'intensité intégrée sur de plus nombreux pixels. Pour le pic non déformé *Noise1-Obj00*, le maximum d'intensité est sensiblement 12 fois plus élevé que sur l'objet *Obj10* et possède donc un rapport $R_{SNR} \simeq 10000$: soit plus de trois fois meilleur.

Reconstructions réalisées Les reconstructions sont réalisées sans aucune information sur l'objet diffractant. Certains pics sont fortement distordus. Le support n'est pas estimé par autocorrélation. Un support de forme carré assez grand 150×150 est choisi : 22500 inconnues sont laissées libres. En réalité, l'objet est décrit par 9925 points. Ce support est représenté par le cadre en pointillé rouge dans les figures du graphe 5.5. Des adaptations de support sont alors réalisées entre des cycles où ER et HIO se succèdent. Le seuil du SW est choisi assez faible avec $seuil_{sw} = 0.1$. Seuls les pixels dont la densité est inférieure à 10% de la densité maximale sont supprimés. L'idée est de les supprimer progressivement. Un seuil plus important peut s'avérer dangereux, avec la suppression de pixels qu'il ne fallait pas supprimer. Et comme la procédure est irréversible, la procédure est alors un échec. Ce choix de seuil assez bas, oblige par conséquence à réaliser un nombre important de SW ce qui allonge considérablement la procédure. Un nombre de vingt adaptations est donc choisi. Cette procédure se résume synthétiquement comme suit :

$$20SW \times (5 \times (128ER + 64HIO) + 256ER) + 256ER$$

L'influence du paramètre β_{hio} est plus délicat à interpréter. Il a été choisi à $\beta_{hio} = 0.8$ car semble être un bon compromis souvent adopté. Dans la figure 5.5 plusieurs étapes de la reconstruction sont montrées pour l'*Obj10* en partant de 2 jeux de phases aléatoires différents. Lors des cinq premiers SW, un nombre important de pixels est supprimé. Entre ces deux tirages les différences sont encore peu visibles. En revanche lors des 10 SW suivants, clairement la reconstruction *Tirage 53* converge progressivement vers la bonne solution contrairement au *Tirage 15*. Pour mieux caractériser cette convergence, 100 reconstructions avec la même procédure sont lancées à partir de tirages initiaux de phase aléatoire différents. Cette étude statistique est un moyen d'appréhender l'influence du niveau de déformation sur la procédure. En particulier, pour chaque objet *Noise1*, un histogramme des erreurs métriques *Er* est tracé. Pour les objets modérément déformés une allure bi-modale est clairement observable (Fig. 5.6). Les reconstructions appartenant à la distribution de

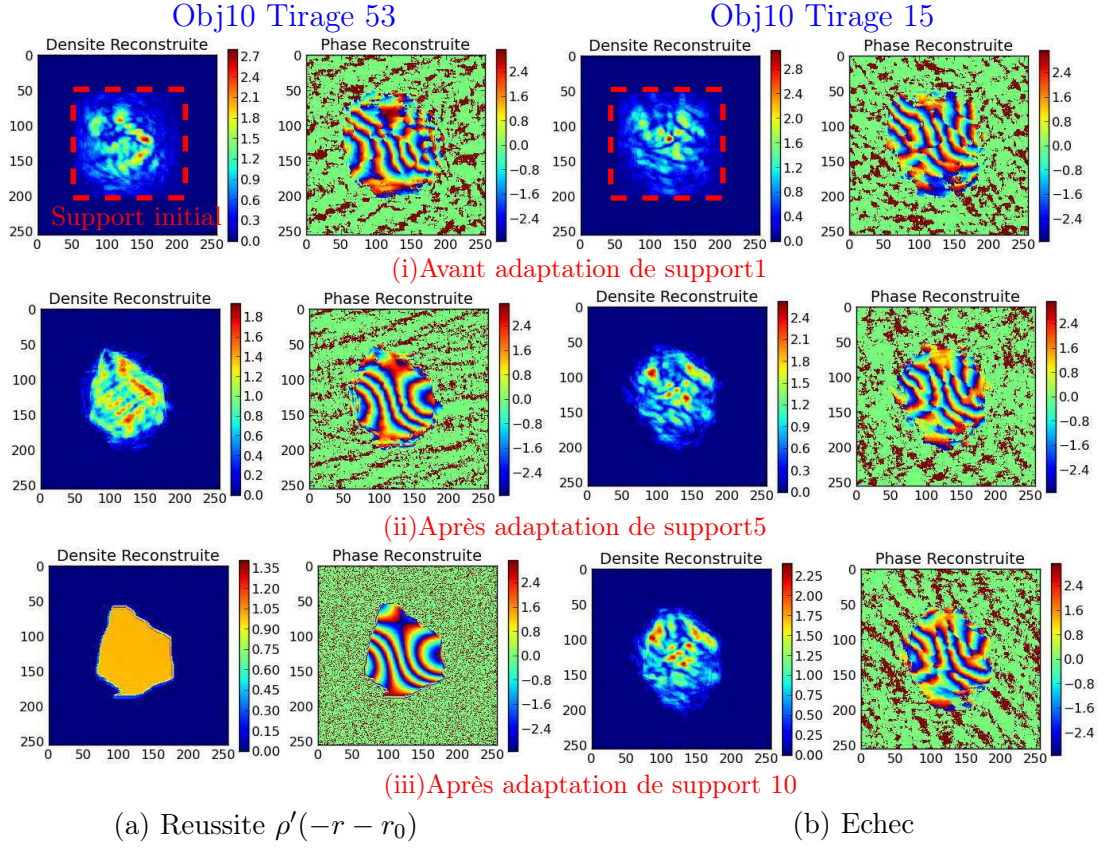


FIG. 5.5 – 2 reconstructions pour le pic correspondant à objet 10 (6 sauts de phases)

faible erreur métrique sont des succès. Une observation des champs reconstruits le confirme. Lorsque les hétérogénéités de déplacement augmente, les reconstructions sont plus difficiles et le caractère bi-modal de l'histogramme des erreurs métriques est moins marqué. Un premier critère de succès est postulé : les reconstructions à faible erreur métrique ($Er \sim 10^{-3}$) relativement séparée d'un niveau moyen d'erreur ($Er \sim 10^{-2}$) sont des réussites. La courbe taux de réussite en fonction du nombre de saut de phase est tracée figure 5.6b.

Le taux de réussite monte jusqu'à 70% pour les objets sièges d'un demi saut de phase. Le nombre de réussites devient de plus en plus rare lorsque le nombre de saut de phase augmente. Pour l' *Obj10* présentant 6 sauts de phase, seules trois reconstructions sur cent sont des succès. La courbe $Er(\text{Itération})$ est tracée pour ces 3 réussites (5.6c). Un graphe équivalent lors d'un échec est également rajouté à titre de comparaison. L'erreur a une allure en dent de scie, des zones d'augmentation alternent avec des zones de diminution. Il s'agit d'une allure standard lorsque une alternance d'ER et HIO est utilisée. Lors des étapes de HIO, l'erreur augmente brusquement pour ensuite en général recommencer à diminuer. Ce comportement

	Obj00	Obj02	Obj04	Obj06	Obj08	Obj10
$\Delta(G.u)_{max}$ (rad)	0	1.525972	6.103887	13.73374	24.41554	38.149
Nbre de sauts de phase	0	0.24	0.97	2.19	3.88	6.07
Tirage1	0.004454	0.020897	0.018360	0.017579	0.022433	0.030244
....	...	...	...	...	...	
....	...	...	...	...	...	
Tirage100	0.005642	0.004511	0.020179	0.020394	0.023739	0.029161
Taux Réussite(%)	30	60	40	20		3

TAB. 5.1 – *Erreur métrique finale et taux de réussite en fonction du niveau de déformation (données Noise1)*

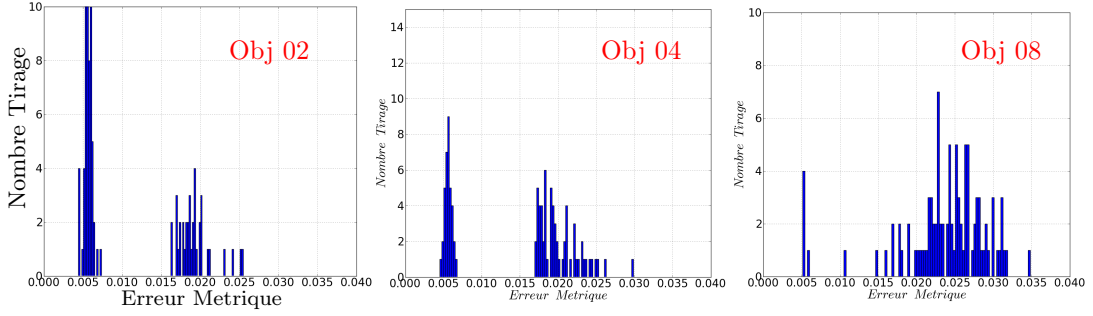
peut semble-t-il être vu comme la manière du HIO de s'extraire des minima locaux éventuels en augmentant temporairement les phases non présentes sur la zone complémentaire du support. Il est plus intéressant de remarquer une inflexion dans l'allure lors des 3 réussites. Au contraire lors des échecs l'erreur semble clairement stagner. Pour tous les autres niveaux de déformation, toutes les réussites présentent cette inflexion, qui est donc caractéristique de la convergence. La position de cette inflexion est variable pour les trois réussites, l'algorithme sort des minima locaux à un moment quelconque. Un nombre plus important de cycles permettrait-il d'augmenter la probabilité de converger vers la bonne solution ?

On remarque que l'objet non déformé à un taux de succès plus faible que les objets possédant moins d'un saut de phase. Pour les objets très peu déformés, l'intensité est répartie sur une plus faible zone dans l'espace réciproque, l'influence du bruit est différente. Cette constatation pourrait se rapprocher des observations décrites dans les articles [Quiney 2006, Williams 2006]. Il est montré qu'utiliser un faisceau possédant un front d'onde courbe (intermédiaire de lentille de Fresnel) facilite la convergence des algorithmes ¹.

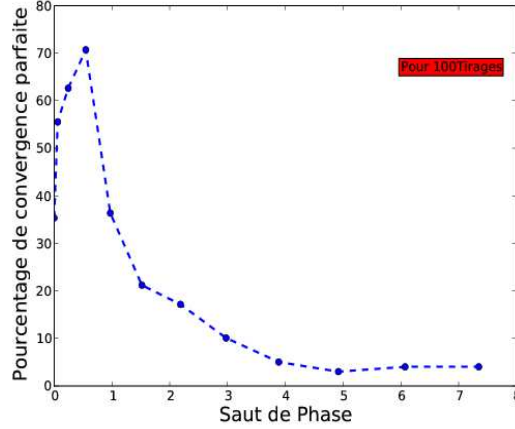
5.2.2 Analyse quantitative des résultats

Le critère sur la nature de la distribution des erreurs métriques Er est avantageux pour caractériser la convergence des reconstructions. Il s'appuie sur un critère objectif disponible dans le cas expérimental (connaissance uniquement de $I(q)$). Néanmoins dans le cadre de cette étude numérique l'objet diffractant est parfaitement connu. Une quantification des résultats est possible. La procédure peut donc être caractérisée rigoureusement. L'analyse des données brutes d'inversion n'est pas directe. Elle nécessite une grande précaution et le développement d'une procédure spécifique.

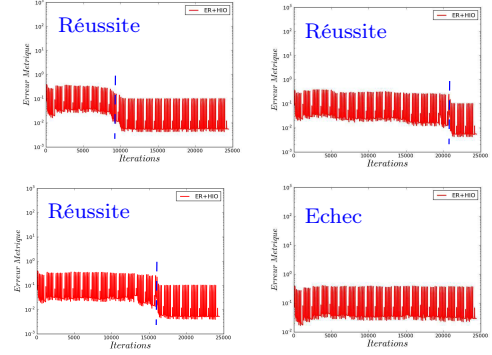
¹Un front d'onde courbe peut s'apparenter à la présence d'hétérogénéité de déformation (cf §. 2.5.5).



(a) Histogramme ER (amplitude pic) en fonction du niveau de déformation



(c) Taux de réussite en fonction du niveau de déformation



(d) Allure de Er pour les 3 réussite et et un échec pour l'objet10 (6sauts de phases)

FIG. 5.6 – Influence du niveau de déformation sur la convergence des reconstructions (critère de convergence s'appuyant sur l'allure de l'erreur métrique)

4 types de solutions Plusieurs solutions possèdent le même module de transformée de Fourier (cf §. 2.5). Quatre grandes familles de solutions sont possibles :

$$\rho(\vec{r})e^{i\vec{G} \cdot \vec{u}(\vec{r})} \quad (5.18)$$

$$\rho(-\vec{r})e^{-i\vec{G} \cdot \vec{u}(-\vec{r})} \quad (5.19)$$

$$\rho(\vec{r} - \vec{r}_0)e^{i\vec{G} \cdot \vec{u}(\vec{r} - \vec{r}_0)} \quad (5.20)$$

$$\rho(\vec{r}_0 - \vec{r})e^{-i\vec{G} \cdot \vec{u}(\vec{r}_0 - \vec{r})} \quad (5.21)$$

Le résultat est connu à une translation $\vec{r}_0$ près. La solution inverse conjuguée est également possible à une translation près. Une technique est proposée ici pour comparer les résultats à l'objet initial. La comparaison est directement réalisée sur l'objet présentant les phases pliées (i.e. carte de déplacement connue dans un espace modulo 2π). Une erreur de forme E_{Forme} entre l'objet réel et l'objet reconstruit est considérée en sommant tous les pixels en trop ou en manque. Ici la forme de l'objet reconstruit est déterminé par un seuillage strict, tous les pixels où la densité est

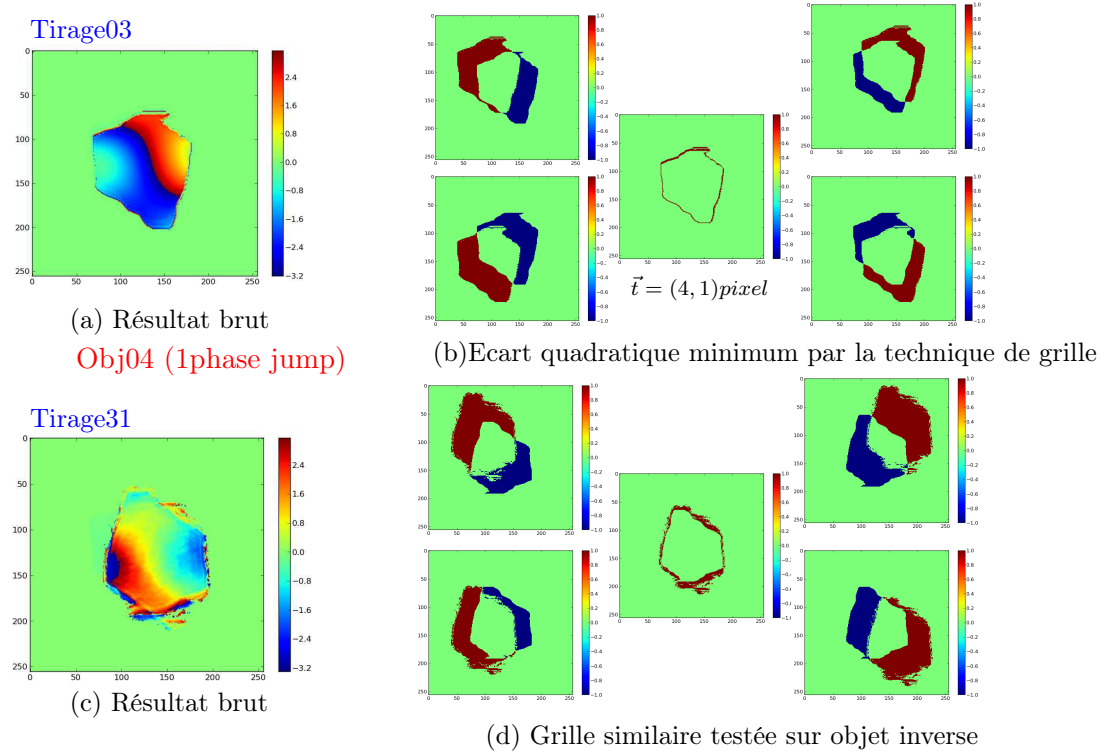


FIG. 5.7 – Procédure de traitement quantitatif des résultats bruts issus de l'inversion

supérieure à zéro sont pris en compte. Cette comparaison est répétée en translatant l'objet de n_x, n_y pixels. Pour limiter le temps de calcul, une approche par dichotomie est utilisée. Un premier calcul est réalisé sur des grilles de translation à pas grossier (typiquement pas de 10 pixels). Deux grilles grossières sont calculées pour les deux orientations possibles. Quelques points sont présentés sur la figure 5.7 pour deux tirages. L'erreur de forme minimale est alors sélectionnée entre ces 2 grilles grossières. Ce choix permet de repérer la bonne orientation de l'objet reconstruit. Ce choix d'orientation est assez stable même pour les objets possédant une forte erreur de forme. Dans un second temps, un nouveau calcul est effectué sur une grille fine en utilisant les informations d'orientation et de la valeur grossière de la translation. Finalement à la fin de la procédure la translation optimale est connue à un pixel près. Cette technique de dichotomie n'est pas obligatoire mais elle s'est avérée efficace pour diminuer le temps de calcul. La procédure a été lancée sur les 2500 reconstructions (soit 42 heures sur un processeur).

A partir de cette connaissance de translation optimale, il est possible de caractériser l'erreur sur l'amplitude et la phase de l'objet reconstruit. Pour caractériser

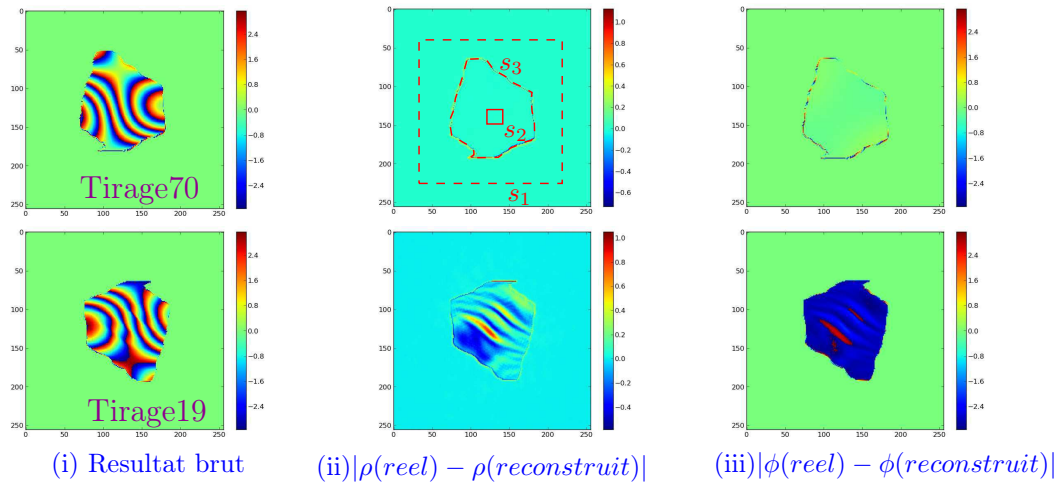
leurs vraisemblances , les grandeurs Da_i^2 et Xir_i^2 sont introduites :

$$Xir_i^2 = \frac{1}{\sum s_i} \cdot \sum s_i \cdot (\phi_r - \phi_0)^2 \quad (5.22)$$

$$Da_i^2 = \frac{1}{\sum s_i} \cdot \sum s_i \cdot (\rho_r - \rho_0)^2 \quad (5.23)$$

Elles correspondent à des erreurs globales sur une zone s_i de l'objet. Elles sont

(a) Obj10-Over16-Noise1



(b)Obj10-Over4-Noise100

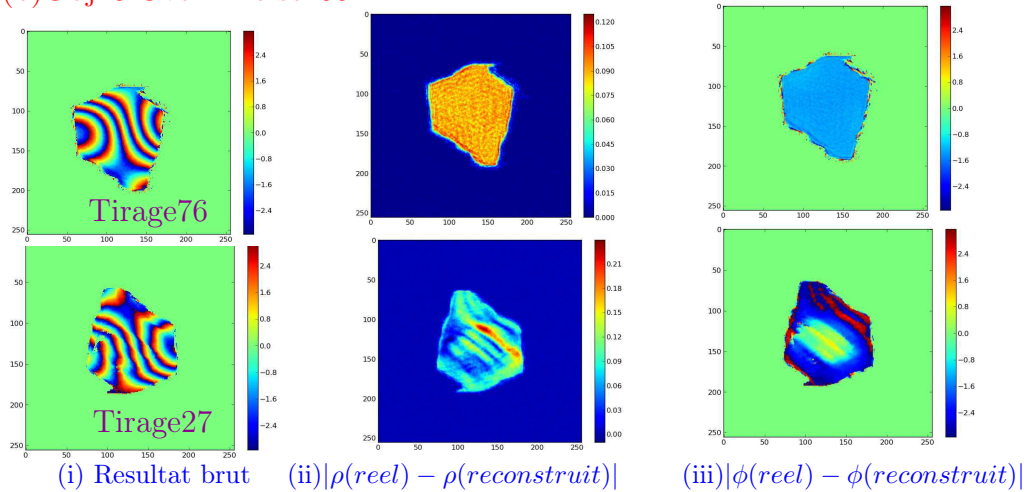


FIG. 5.8 – Quantification de la reconstruction sur objet 10 (6 sauts de phases) pour deux niveaux de bruit

homogènes à un écart type donc leurs carrés à une variance. Plusieurs zones s_i ont été choisies pour caractériser l'influence locale. Xir_3 et D_3 correspondent aux écarts types sur la zone correspondant à la forme exacte de l'objet. La zone 2 correspond

à une petite zone centrale et la zone 1 au tenseur entier ². Des exemples de reconstruction sur l'objet10 sont tracées dans la figure 5.8 pour deux niveaux de bruit. Les résultats bruts sont mis en relation avec les cartes de différences $\phi_r - \phi_0$ et $\rho_r - \rho_0$. Pour les réussites, des bandeaux autour du périmètre de l'objet sont visibles. Ils correspondent à l'erreur de forme qui oscille entre 5 et 10% en surface pour les meilleurs résultats. Pour les réussites les cartes de différences sont très proches entre elles et très proches de la solution de l'optimale. Pour les échecs, les cartes de différence sont très importantes aboutissant à des écarts moyennés de plusieurs dizaines de pourcent.

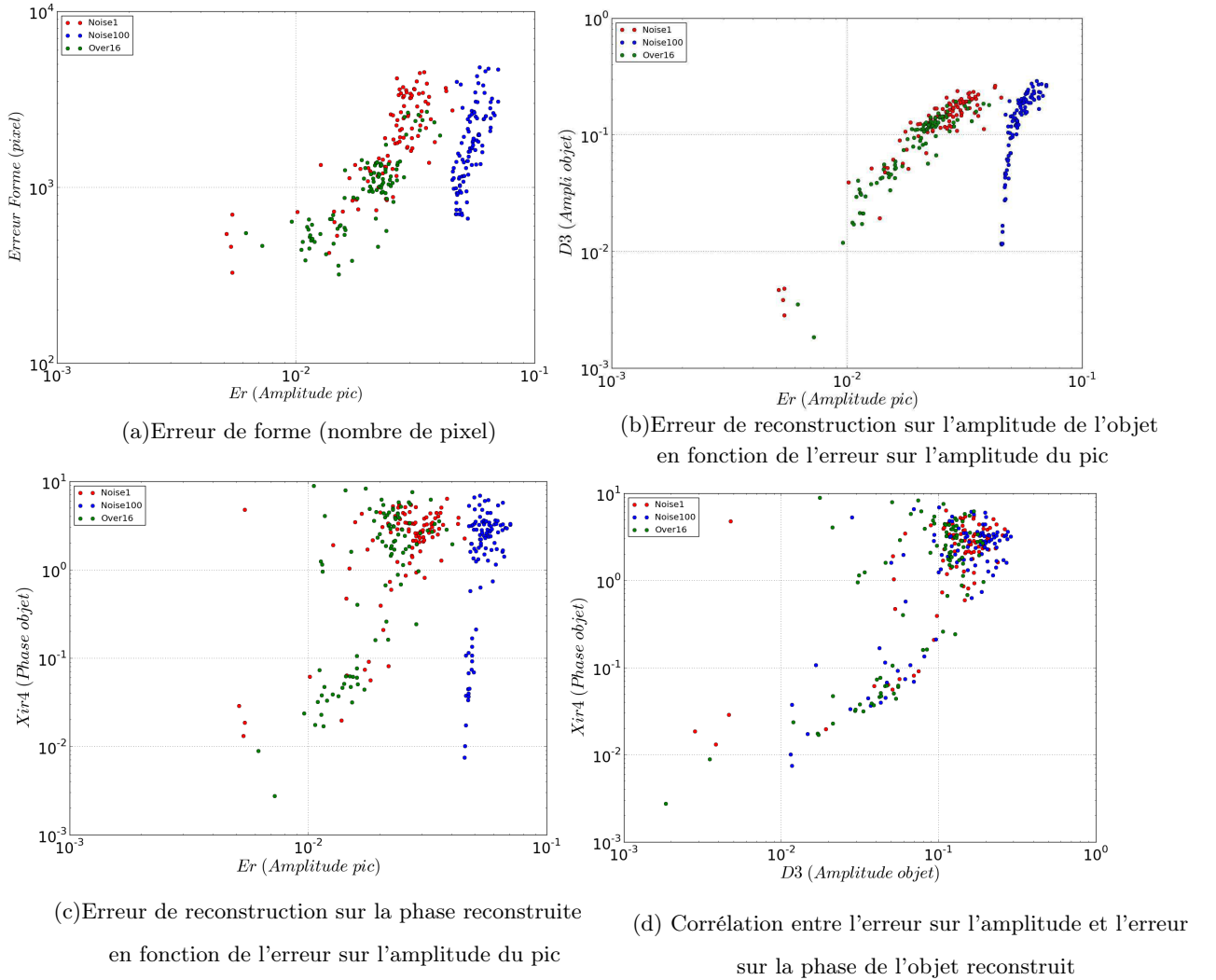


FIG. 5.9 – Influence du bruit et de l'échantillonnage sur la reconstruction de l'objet10

²Ces zones s_i sont des masques composées de 1 à l'intérieur de la région et de zéros à l'extérieur (fig. 5.8a) ii))

	Er (coups)	$Xir3^2$	$D3^2$	Erreur forme(pixel)	n° Tirage
Noise1	0.0062	0.00886	0.00352	548	70
Noise1	0.0072	0.00273	0.00185	465	85
Noise1	0.0072	0.00273	0.00185	465	85
Noise1	0.0151	1.592	0.0461	319	19
Noise100	0.0454	0.0744	0.0117	1100	76
Noise100	0.0454	0.00744	0.0117	1100	76
Noise100	0.0455	0.01007	0.0115	1229	6
Noise100	0.0525	3.93627	0.00128	662	27

TAB. 5.2 – Caractéristiques des meilleures constructions de l'objet10 en considérant différents critères pour Noise1 over 16 et Noise100

Pour faciliter la visualisation de ces grandeurs quantitatives obtenues sur ces 2500 reconstructions, des graphes $Xir(Er)$, $Da_i(Er)$ et $E_{Forme}(Er)$ sont tracés. L'exemple de l'objet 10 est reporté dans la figure 5.9. Sur ces figures sont reportés également les mêmes grandeurs pour deux sur-échantillonnages *Over16* et *Over4* (point vert et rouge) et deux niveaux de bruit *Noise1* et *Noise100*³(point bleu). Ainsi 300 reconstructions sont comparées simultanément pour ce niveau de déplacement intra-grain. Les résultats des données *Over16* sont en moyenne meilleurs que ceux *Over4*. L'influence du bruit est particulièrement instructive. Pour *Noise1* un comportement linéaire (graph en loglog) en $Xir(ER)$ est sensiblement observable. Un resserrement de la distribution autour d'un niveau d'Er ($\sim 10^{-1}$) se précise pour *Noise100*. Parmi tous ces points à *Er* très semblables, certains possèdent de bonne vraisemblances en Xir et D . Les bons résultats sont donc moins facilement discernables des mauvais lorsque seule l'Er est disponible. En raison du bruit, l'erreur métrique *Er* est comme bloquée par un mur à 10^{-2} .

D'autre part pour mettre en évidence la corrélation entre erreur sur densité et phase reconstruite, le graph $Xir(Da)$ est reporté (fig 5.9d). Une corrélation moyenne apparaît clairement. Les réussites ont à la fois une bonne vraisemblance en D et Xir . Cependant elle n'est pas parfaite. La meilleure reconstruction en terme de densité ne l'est pas forcément en terme de phase et vice versa. L'influence du bruit joue un rôle important dans ces phénomènes. De la même manière, les reconstructions dont l'ajustement de la forme est le meilleur ne sont pas forcément les meilleures en terme de phase ou densité. A titre illustratif, la meilleure reconstruction en terme de forme est présentée dans le tableau 5.2 : il s'agit d'un échec de reconstruction !

Précision sur le champ u reconstruit Pour la série *Noise1*, la meilleure reconstruction de l'*Obj10* en terme de Xir est obtenue avec les données les mieux sur-échantillonnées. Cette constatation est logique, plus de données sont disponibles pour déterminer un même nombre d'inconnues. Un calcul d'incertitude sur le champ

³avec même échantillonnage *Over4*

de déplacement s'écrit simplement :

$$\phi = G.u = \frac{2\pi}{d}u \Rightarrow \Delta u = \frac{d}{2\pi}\Delta\phi$$

L'incertitude sur la phase peut être assimilée à l'écart type sur l'objet *Xir*. Pour la meilleure reconstruction *Obj10*, l'incertitude sur le déplacement est $\Delta u \sim 0.03232\text{\AA}$. Cette valeur correspond à environ 0.013 de la distance interplanare d_{111} . **La technique de reconstruction de phase est précise même avec des données bruitées !**

Cette valeur est à comparer aux précisions de $3pm$ obtenues par les techniques de microscopie électronique haute résolution en mode analyse de phase géométrique (*GPA :Geometric Phase Analysis*) [Hytch 2003]. Les deux techniques sont donc similaires en terme de précision. En revanche, la résolution spatiale en microscopie est meilleure $< nm$.

Résolution effective des reconstructions Pour toute technique d'imagerie, la question de la résolution est essentielle. Il faut bien distinguer l'extension dans l'espace réciproque qui nous donne une taille de pixel dans l'espace réel, et la capacité à décrire effectivement un détail dans l'espace direct. Expérimentalement, la meilleure résolution obtenue avec un objet cristallin est de $5nm$ en imagerie à l'ordre zéro [Schroer 2008]. La résolution dépend intimement de la possibilité de mesurer de grandes valeurs de q dans l'espace réciproque. Cette possibilité dépend donc à la fois de la source utilisée et de l'échantillon. La détermination de l'extension maximale acceptable Δq_{max} est subjective. Le mieux est de tester sur la reconstruction dans l'espace direct cette résolution en regardant la netteté d'un détail. En toute généralité il reste difficile d'affecter une résolution à la technique d'imagerie cohérente. Elle dépend du flux incident, du pouvoir diffractant de l'échantillon et de la détection !

5.2.3 Discussion

Il semble possible de reconstruire le champ de déplacement dans un grain fortement déformé d'environ $1\mu m$ sans connaissance particulière de l'objet diffractant avec une très bonne précision.

Mais

- Le taux de réussite en utilisant une combinaison de SW + ER + HIO sur 25 000 cycles décroît drastiquement avec le nombre de sauts de phase. De nombreuses reconstructions doivent être lancées pour espérer obtenir quelques bonnes solutions.
- Une dynamique trop faible rend les bonnes solutions plus difficilement discernables des mauvaises par l'intermédiaire de l'erreur métrique sur l'amplitude du signal diffracté.

Standardisation des procédures ? Cette approche statistique et quantitative semble être une première étape en vue d'une éventuelle standardisation des procédures d'inversion. Ici l'étude est limitée à une forme et un champ de déplacement particulier (pour se rapprocher des données expérimentales obtenue sur le grain #g1 de P3). Avoir une vision générale de la technique nécessite de tester les procédures sur un large éventail de paramètres :

- une variété de formes d'objet ⁴
- une variété de type de champs u inhomogènes
- en rajoutant sur le signal de diffraction simulé une variété d'imperfections expérimentales (la diffusion diffuse, du signal provenant d'un autre objet, des imperfections de faisceau, front d'onde ...)
-

Ces différents éléments doivent être alors testés en variant les conditions de reconstructions :

- en variant le dimensionnement des cycles (plus ou moins de cycles, paramètre β_{hio} , nombre de SW ...)
- quantification du rôle des phases initiales. Une sélection des meilleurs germes de phases aléatoires (une approche génétique semble être bénéfique [Chen 2007] ...).
- test sur des objets déformés des algorithmes modernes tel le HPR, DM, RAAR
-

Le tout bien sûr préférentiellement avec des objets 3D. Cette liste n'est pas exhaustive. Une standardisation complète de la technique semble lointaine. L'apparition d'une technique robuste est souhaitable, mais elle nécessitera d'être rigoureusement testée.

⁴Des objets numériques classiques existent déjà comme les étoiles de Siemens pour tester les résolutions, ou le fantôme de Shepp-Logan (objet 3D non connexe utilisé pour tester les techniques de tomographie).

5.3 Aspects numériques et temps de calcul

Lors de cette étude numérique, 2500 calculs sur de petits objets 256×256 ont été lancés. Chacun des calculs est composé de 25000 cycles durant sensiblement 27 minutes, soit en cumulé environ 47 jours de calcul sur un simple ordinateur de bureau. Faire la même étude avec un objet $128 \times 128 \times 128$ prendrait sensiblement 11 ans et demi sur ce même ordinateur ! La question du temps de calcul est une question essentielle dans cette problématique de reconstruction de phase algorithmique. La puissance de calcul est clairement un enjeu. Des solutions stables et performantes doivent être utilisées.

FFT et Inversion Le point clef de l'algorithme est l'usage intensif des transformées de Fourier. L'optimisation de la procédure se joue donc au niveau de cette opération. Heureusement, il existe des algorithmes performants pour calculer les transformées de Fourier discrètes : l'algorithme FFT (*Fast Fourier Transform*) [Cooley 1965]. La complexité des codes FFT est sensiblement en $n \log(n)$ contrairement à un calcul direct qui serait en n^2 . Les algorithmes FFT ont connu de nombreux développements depuis leur apparition. Désormais une des meilleures solutions libres est la librairie *FFTW* [Frigo 2005]⁵. Elle est complète avec notamment la possibilité de calculer des FFT multi-dimensionnelles complexes en version simple ou distribuée⁶.

Cet algorithme FFTW a la particularité d'être optimisé pour des tailles de tenseurs qui sont des puissances de 2. Au contraire il sera dramatiquement plus lent pour des tailles de tenseurs dont l'une ou plusieurs des dimensions est un nombre premier. Quelques exemples de temps de calcul sont donnés dans le tableau 5.3. Expérimentalement, à la suite de cette constatation, lors des mesures 3D un nombre adéquat de coupes a été acquis pour travailler avec une taille de tenseur compatible avec les meilleures potentialités des algorithmes de FFT (typiquement en faisant 128 coupes en ω).

Un autre point important à anticiper est la taille de mémoire nécessaire pour les cycles de reconstructions. Avec le HIO, il est nécessaire de stocker 4 tenseurs sur la mémoire RAM lors de la boucle. En double précision (float) chaque élément du tenseur est codé sur 64 bits ou 8 octets⁷, ainsi la mémoire nécessaire pour un objet de $128 \times 128 \times 128$, est d'environ 67Mo. Cette taille reste tout à fait acceptable. Avec un processeur muni d'une mémoire de 2GB, la taille limite de tenseurs est 400^3 . Quelques exemples sont reportées dans la tableau 5.3 : pour un tenseur 1024^3 , 35 Go de RAM sont nécessaires !

Pour des tenseurs 3D volumineux il n'est plus possible de travailler avec des processeurs uniques. Il faut alors distribuer le calcul en parallèle sur plusieurs processeurs. Néanmoins la FFT est une tâche délicate à distribuer : de nombreuses com-

⁵<http://www.fftw.org/>

⁶Version distribuée via MPI uniquement pour la version 2.1.5

⁷1byte = 8 bit = 1 octet. Les mémoires RAM sont par usage quantifiées en GigaOctet (Go) ou GigaByte (GB)

Tenseurs	Mémoire nécessaire(MB)	Temps FFT Python (FFTW en s)	Temps FFT Scilab4.1 (en s)
1024 x 1024	33.5	0.26	2.048
384 x 576 x 41	290.2	3.99	19.70
1024 x 1024 x 22	738.2	8.22	-
128 x 128 x 128	67.1	0.57	4.02
256 x 256 x 127	266.3	7.23	14.55
256 x 256 x 128	268.4	1.99	16.40
256 x 256 x 256	536.9	4.66	39.29
1024 x 1024 x 1024	34359.7	-	-

TAB. 5.3 – Temps pour effectuer une FFT pour différentes tailles de données avec des langages de programmation différents sur un processeur d'une des lames du cluster

munications entre processeurs sont nécessaires au cours du calcul. Ainsi le surcoût parallèle peut rendre cette solution non pertinente selon le mode de communication entre processeurs. Le graph 5.10b résume le gain de temps de calcul en utilisant une procédure parallèle pour différents modes de communication. Le *Speed-out* (gain de rapidité dû à l'utilisation du calcul parallèle) est assez décevant pour le protocole GigabitEthernet, très satisfaisant pour les multi-coeurs. Le protocole infinny Band propose des speed-out intermédiaires.

Les reconstructions de phase réalisées dans l'article [Chapman 2006] sont à signaler. Des calculs sont faits à partir de données 1024^3 soit avec un besoin de mémoire de plus de 32Go. Une approche parallèle a donc été adoptée sur un cluster 32 processeurs infinny Band Macintosh Xserve G5 (4GB de RAM par noeud). Pour les FFT, une librairie (*dist_fft*) spécifique a été utilisé. Cette librairie a été spécialement implémentée pour ce projet par les ingénieurs du Apple Advanced Computation Group. Grâce à cette mise en oeuvre numérique, les reconstructions 3D ont pu être réalisées proprement en effectuant plus de 300 fois les calculs. Sans cet outil numérique puissant, toutes les vérifications qui appuient ce travail aurait été impossibles.

Solution mise en oeuvre Un cluster NEC 64 processeurs GB ethernet a été utilisé pour les analyses de données de ce travail de thèse. Il est clairement non avantageux de distribuer le calcul de la FFT avec ce cluster, mais ses possibilités de calcul ont tout de même été très utiles. L'étude numérique sur les objets 2D a été réalisée sur 12 processeurs, ainsi le temps de calcul a été réduit à deux campagnes de 2 jours de calcul. Dans la pratique, les codes ont été lancés sur le cluster en utilisant deux solutions distinctes.

Version Ngrid Engine La version la plus simple pour lancer plusieurs calculs simultanément sur un cluster est la solution NgridEngine. Les n calculs sont chargés

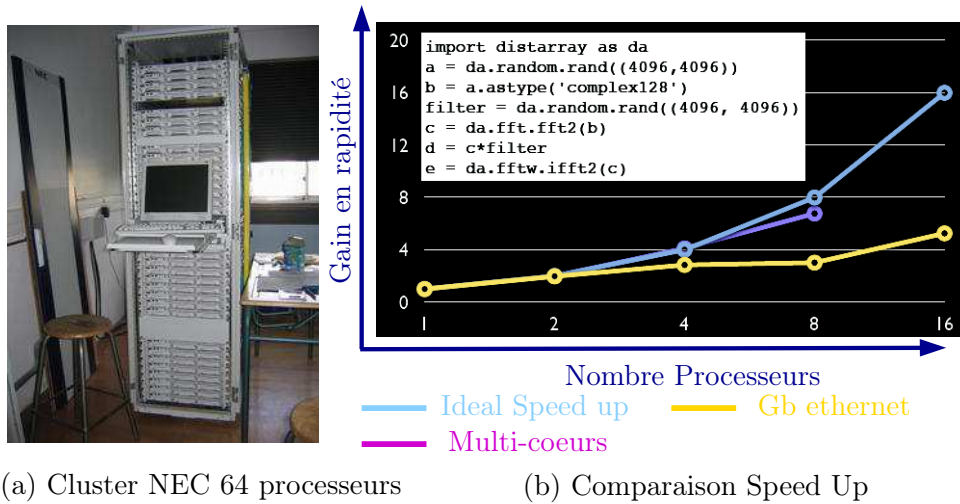


FIG. 5.10 – (a) Cluster utilisé pour ces études et (b) Performance des FFT parallélisées selon le protocole de communication entre les processeurs (source B. Granger)

avec la fonction qsub. Un fichier de lancement de taches (ou fichier *.bash*) est donc de la forme :

```
#!/bin/bash
qsub -V -cwd calc0.bash
....
qsub -V -cwd calc10.bash
```

Où le fichier calc0.bash contient le code à exécuter, par exemple `scilab -nwni -nb -f Reconstruction0.sce`. Le code `Reconstruction0.sce` est un code qui pourrait s'exécuter sur une machine simple. L'avantage de cette technique est la simplicité d'utilisation : la machine maître (ou Front-end) affecte les calculs aux processeurs libres. En revanche, il faut générer tous les codes un par un. Des interactions entre les calculs en cours d'exécution sont également impossibles avec ce protocole.

Version MPI La solution MPI permet mieux de tirer avantage des possibilités parallèles avec des possibilités de communication entre les différents calculs exécutés sur différents processeurs. Ce protocole peut s'utiliser très simplement dans des codes python grâce au package `mpi4py`. Pour lancer ces tâches, un script *.bash* de la forme suivante a été utilisé :

```
#!/bin/bash
xhost +
DISPLAY=10.1.1.1 $ DISPLAY
mpirun -np 12 -x DISPLAY -mca btl self,tcp --nolocal --hostfile hosts.txt
python2.4 Tirage0.py
....
```

```
mpirun -np 12 -x DISPLAY -mca btl self,tcp --nolocal --hostfile hosts.txt
python2.4 Tirage99.py
```

Ici le code `Tirage0.py` est un calcul qui correspond à l'étude numérique sur les 12 niveaux de déformation. Ainsi, ce script lance 12 calculs simultanément sur les 12 processeurs choisis dans le fichier `hosts.txt`. Ici, cette tâche est répétée 100 fois à la suite pour obtenir la statistique sur les cents tirages aléatoires de phases initiales (cf §. 5.2). La ligne `DISPLAY=10.1.1.1 $DISPLAY`, est une petite astuce qui permet d'utiliser la machine maître (front end) pour sauver des images pendant le calcul. Cette étape ne peut être réalisée sur les noeuds qui ne possèdent pas de serveur d'affichage (display), alors que le package `pylab` en a besoin pour sauver des figures. Dans le code `Tirage0.py`, les lignes suivantes sont utilisées pour initialiser le partage des calculs entre les différents noeuds.

```
from mpi4py import MPI
comm = MPI.COMM_WORLD
rank = comm.Get_rank()
size = comm.Get_size()
##
Iexp = open(I[rank])
....
```

La fonction `Get_rank()` est appelée. Elle permet de lancer sur le noeud `rank` un calcul à partir du pic expérimental `I[rank]` correspondant à un niveau de déformation spécifique indexé par `rank`.

Pour utiliser plus astucieusement les calculs lancés simultanément, la fonction `gather` est également attractive. Imaginons lancer 12 calculs à partir de phases initiales différentes. Au bout de n itérations le choix du meilleur germe de phase peut être effectué en choisissant la plus petite erreur métrique sur ces 12 reconstructions en cherchant l'indice du minimum de la liste des 12 erreurs métriques. Cette liste est communiquée à chaque processeur (les 11 autres valeurs proviennent des 11 autres processeurs) via la fonction `ListeEr = comm.gather(Er)`. Le calcul peut alors se poursuivre à la volée sans intervention manuelle avec ce germe sélectionné.

Les possibilités sont nombreuses et cette démarche combinant la puissance du calcul parallèle MPI avec la simplicité du langage python est attractive. Les études systématiques en 3D restent toutefois difficile à réaliser. Avec les codes utilisés ici, la même étude statistique (§. 5.2) de l'influence du niveau de déformation sur les reconstructions avec des objets 256^3 prendrait 130 jours de calculs en utilisant les 64 processeurs du cluster NEC. Il semble alors nécessaire de réaliser cette étude soit avec un cluster de 1024 processeurs similaires, soit avec des clusters plus performants soit en optimisant les codes. Des calculs avec des processeurs possédant un important nombre de coeurs ou des calculs sur cartes graphiques pourraient dans l'avenir devenir des alternatives intéressantes.

5.4 Revue de la littérature - Reconstruction de phase en géométrie de Bragg

Une revue partielle des résultats expérimentaux relatifs à la procédure d'inversion en géométrie de Bragg est présentée maintenant. Dans les différents travaux présentés, des points délicats ont été rencontrés. Ils constituent, ainsi que les solutions proposées, un point de départ important pour tout projet d'inversion. Les spécificités de l'inversion en 2D puis en 3D seront décrits dans les deux prochains paragraphes.

5.4.1 Travaux 2D

Remarque préalable En géométrie de Bragg, une coupe 2D du signal de diffraction est sensible à la forme et au champ de déplacement de l'objet en volume. En effet pour une réflexion symétrique, l'objet reconstruit correspond à la projection selon $\vec{e}_z$ du facteur $f_0 e^{i\vec{q} \cdot \vec{u}}$, ou plus précisément :

$$\int_z f_0 e^{i\vec{q} \cdot \vec{u}(x,y,z)} dz \quad (5.24)$$

Si le champ $\vec{u}(x, y, z)$ est indépendant de z , la reconstruction sera la suivante :

$$Objet = N_z f_0 e^{i\vec{G} \cdot \vec{u}(x,y)} \quad (5.25)$$

où N_z est le nombre d'atome présents dans l'objet dans la direction z . Ce développement et certaines de ces implications sont traités dans l'article [Labat 2007]. Plusieurs points essentiels découlent de cette constatation :

- L'inversion 2D unique à partir d'un objet intrinsèquement 3D rend l'analyse du résultat non trivial. La densité et la phase reconstruite ne sont pas représentatifs d'une coupe 2D de l'objet et de son champ de déplacement.
- **Les procédures de SW sont à éviter lors d'inversion de signal 2D !**
La densité reconstruite peut être faible sur les bords de l'échantillon par effet de projection et non par absence de matière. Une adaptation de support peut alors supprimer une zone qui contient effectivement de la matière. La reconstruction est faussée! ⁸

Travailler avec des données 2D reste néanmoins attractif, car les procédures d'inversion sont beaucoup moins lourdes. Des données provenant d'objet présentant un fort rapport d'aspect dans une direction peuvent être traitées en 2 dimensions. Les nano-fils ou des lignes de SOI sont des objets très allongés dans une direction. Inverser une coupe 2D perpendiculaire à la grande dimension $\vec{e}_z$ est alors possible. Implicitement dans les résultats, une stricte homogénéité de l'objet dans cette grande dimension est supposée. Les caractéristiques générales des résultats qui vont être discutés sont reportées dans le tableau récapitulatif 5.4.

⁸Par exemple, le SW ne peut pas être utilisé sur les données obtenues sur la réflexion asymétrique 220 du grain inconnu de S0 §. 4.5.1.2

	[Diaz 2009, Chamard 2009]	[Biermanns 2009]	[Favre-Nicolin 2009]
Objet	NW InAs D 150nm	NW GaAs D 600nm	NW Si D 90nm
Set-up	Lentilles de Fresnel-ID01	Lentilles de Fresnel-ID01	Lentilles de béryllium
Bragg	111 symétrique	111 symétrique et 531 asymétrique	Reflexion 111
Camera	CCD Indirect 55 μ m	MediPix 55 μ m	CCD direct 20 μ m
Resolution	8 $\times$ 16nm		28nm
Dynamique			-
Estimé initial	Carré assez grand	Auto-corrélation	-
Procédure	$ER + HIO$	50 $ER + (100SW \cdot (20HIO)) + ER$	ER-Hio-Charge Flipping
Erreur Métrique final			-
Nb tirage	100	70	-
Déformation	Faible	Faible	Faible
Particularité	Etude de l'influence de composantes de $I(q)$ manquantes (masque)		Endommagement sous faisceau

	[Chamard 2010a]	[Minkevich 2007]	
Objet	ZrC 120nm	SOI lines 1 μ m	
Set-up	ID01-Be lentilles	BM32- Haute résolution	
Bragg	111	Reflexion 004 symétrique	
Camera	CCD direct	Cartographie point par point avec analyseur	
Tenseurs	200 $\cdot$ 200	-	
Resolution	13nm	7.8 $\cdot$ 8.4nm	
Dynamique	1000	$\simeq$ 1000	
Estimé initial	carré	Projection forme MEB pour obtenir support	
Procédure	15(20Er+50HIO) + SW manuel + (Er+HIO)	mHIO avec conditions sur u et ρ	
Erreur Métrique final	$< 2 \cdot 10^{-4}$	10^{-4}	
Nb tirage		Nombreux	
Déformation	phi = 0.6rad - considéré comme artefact	$u_z^{max} = 11\text{\AA}$ (8 sauts de phase)	
Particularité	Projection 2D à partir objet 3D - Ajustement front d'onde courbe	Fortement déformé	

TAB. 5.4 – Quelques inversions 2D expérimentales en géométrie de Bragg

Trois études sur des nano-fils ont été réalisées en diffraction cohérente [Diaz 2009, Biermanns 2009, Favre-Nicolin 2009]. Dans les trois cas, des taches de diffraction 3D sont collectées lors d'un balayage en ω . Une coupe perpendiculaire à l'axe du fil est extraite puis inversée avec les algorithmes classiques ER, HIO et SW. Dans les trois cas, de très faibles phases sont reconstruites. L'allure générale de ces coupes est clairement dominée par un effet de forme, les tiges correspondant aux différentes facettes des fils sont très nettement visibles. Physiquement cette absence d'hétérogénéité de déplacement est prévisible. Loin de la base des fils, les contraintes sont attendues relaxées comme le confirme certaines des simulations numériques. Expérimentalement de telles études sur des nano-fils se heurtent à la problématique de la dynamique de mesure et du flux incident. Le volume diffractant est particulièrement faible notamment pour des fils de Si de diamètre $\sim 90nm$. D'autre part pour être bien résolu dans le plan de coupe (q_x, q_y) , le balayage en ω doit être particulièrement fin ce qui augmente le temps de comptage. L'étude sur les nano-fils de GaAs sont parmi les premières études qui ont bénéficiées des progrès apportés par le détecteur pixel MediPix. Le nano-fil Si $\sim 90nm$. a subi des endommagement sous faisceau ! Le rayonnement synchrotron focalisé deviendrait-il destructif pour les nanostructures ?

L'inversion d'un échantillon ZrC de forme octaédrique est particulièrement instructive [Chamard 2010a]. Il s'agit cette fois d'un objet intrinsèquement 3D. Les reconstructions ont été réalisées sur la coupe 2D correspondant au maximum du balayage ω . La phase reconstruite est non négligeable $0.6rad$. De plus elle présente une symétrie centro-symétrique. Or la projection le long de $\vec{G}$ du champ de déplacement ne peut pas présenter une telle symétrie. Par raison de symétrie, le champ de déplacement devrait être radial. Après une étude des différents artefacts possibles, il est montré qu'un front d'onde courbe peut expliquer cette forme surprenante de la phase. L'objet est en effet illuminé par un faisceau focalisé par des lentilles de béryllium. Une courbure de $R = 90\mu m$ correspond bien aux résultats présentés.

Pour des objets faiblement déformés, les défauts de front d'onde serait prépondérants ! Sans caractérisation préalable du front d'onde, il est impossible de conclure à propos de faible déformation par reconstruction de phase !

Par corollaire, les distorsions du front d'onde par les lentilles de béryllium entraînent des distorsions de reconstructions inférieures à un saut de phase dans le cas ici présenté.

Les analyses relatives à un échantillon composé de lignes de S0I sont particulièrement instructives [Minkevich 2007]. Une cartographie (q_x, q_y) correspondant à une coupe transversale de ce réseau de lignes a été mesurée en diffraction haute-résolution. Elle présente un très fort élargissement dans la direction $\vec{e}_x$. Dans cette direction, un système de franges est présent. Ces franges nettes ne correspondent pas du tout à un effet de taille, mais à un effet du champ de déplacement. La cartographie n'est pas le résultat de la diffraction d'un objet unique. Il s'agit d'une somme incohérente du signal cohérent d'une seule ligne. Mais pourquoi les différentes lignes n'interfèrent pas entre elles ? Les lignes sont espacées de $2\mu m$ soit une dimension inférieure à la longueur de cohérence ! Le signal n'interfère pas en raison du carac-

rière rugueux du substrat. Les lignes n'ont aucune relation de phase entre elles à l'échelle du faisceau. D'autre part, les lignes sont désorientées de 0.4° par rapport au substrat. Le pic du substrat est donc situé loin du pic correspondant aux lignes. Le pic de substrat trop proche aurait ébloui le signal des lignes. Au final, le signal correspond à la contribution d'une ligne unique suffisamment intense pour être mesurée avec un analyseur (par effet subtil de somme incohérente). Cet échantillon est très particulier mais il s'est avéré parfaitement adapté à une procédure d'inversion⁹. En pratique, les mesures avec l'analyseur sont plus longues comparées à celles réalisées avec une caméra mais elles sont plus propres (cf §. 3.2). Des procédures de reconstruction de phase ont donc été tentées, mais les approches classiques ont échoué. Des conditions supplémentaires dans l'espace direct ont été alors introduites par les auteurs pour contraindre les reconstructions :

- La densité a été forcée être constante à l'intérieur de l'objet excepté pour les bords où une décroissance est tolérée. La forme de l'objet est parfaitement connue. Les données de microscopie électronique sont utilisées pour déterminer le support initial.
- La dérivée de la phase est forcée à être bornée. Les variations du champ de déplacement sont localement faibles.
- Le signe de la dérivée de u est le même dans les deux demi-espaces . La déformation est attendue symétrique de part et d'autre du plan de symétrie qui coupe la ligne en deux.

Finalement avec ces conditions, la procédure a convergé vers des erreurs métriques très satisfaisantes en 10^{-4} . Le champ de déplacement est quasiment polynomial (le champ u est proche d'un polynôme du second ordre). Les conditions ajoutées vont dans ce sens. Le point fort de cette étude est une vérification indépendante par éléments finis de la forme de la tache. La condition de chargement a été ajustée pour faire correspondre au mieux les deux taches de diffraction. Au final, les coupes 1D entre la reconstruction expérimentale et la simulation éléments finis coïncident très bien. La robustesse vis à vis d'autres champs inhomogènes de l'application de ces conditions supplémentaires a été étudiée plus généralement par la suite dans l'article [Minkevich 2008].

5.4.2 Travaux 3D

Lorsque les systèmes étudiés sont intrinsèquement volumiques, il est préférable de faire des reconstructions 3D. Elles sont plus difficiles. Une comparaison rapide avec les techniques d'imagerie 3D à l'ordre zéro est instructive.

C'est quoi faire du 3D ? Reconstruire en trois dimensions un objet à partir de son signal de diffraction cohérente peut être réalisé de différentes manières. Les

⁹Une interférence constructive entre des lignes parfaitement cohérente (i.e. substrat parfait) entraînerait un signal avec des satellites (signal composé d'une enveloppe et d'une pulsante). A ce jour, les procédures d'inversion ne peuvent pas prendre en compte un tel cas en géométrie de Bragg. Un cas d'une inversion d'un objet périodique a été traité en géométrie GISAXS [Vartanyants 2005].

deux articles [Dierolf 2010a, Jiang 2010] présentent des reconstructions 3D respectivement d'un os et d'une cellule de levure ¹⁰. Ces deux reconstructions 3D ont été obtenues en deux étapes : une étape de reconstruction de phase puis une étape de tomographie. A l'ordre zéro, des coupes 2D collectées sur la caméra sont obtenues en tournant l'échantillon sur lui-même par rapport à un axe perpendiculaire au faisceau incident (axe ϕ). L'objet reconstruit à partir de ces coupes 2D est alors sensible à la densité traversée par le faisceau à cette position ϕ_0 . Expérimentalement, dans ces articles, ces coupes 2D de l'espace réciproque ont été inversées par des techniques différentes : par technique ptychographique (cf §. 5.6.2) dans le premier, par une approche génétique dans le second. Ces informations 2D sont ensuite assemblées pour former l'image 3D de l'objet étudié. Les techniques classiques de tomographie sont utilisées ¹¹. Au final, dans les deux cas une carte 3D de la densité de l'objet est obtenue avec une très bonne résolution.

Les reconstructions présentées dans l'article [Chapman 2006] sont instructives. Il s'agit également d'imagerie à l'ordre zéro. L'échantillon est composé d'une centaine de petites billes d'or disposées sur les arêtes d'une pyramide. Le signal 3D a été obtenu en tournant l'échantillon autour de l'axe ϕ (confondu avec l'axe de la pyramide). Ces données ont ensuite été réunies dans un même tenseur régulier dans l'espace réciproque (indexation précise des pixels en q puis interpolation). Les codes d'inversion sont directement utilisés sur un tenseur 1024^3 . L'objet reconstruit est alors directement en 3 dimensions. Cette approche a nécessité une grande puissance de calcul spécialement mise en place pour ce projet (cf §. 5.3).

En diffraction de Bragg, seule l'inversion 3D directe a été tentée. Une approche tomographique n'a pas encore été réalisée. Il serait pourtant possible d'inverser des coupes 2D et de les ré-assembler par technique tomographique. Il faudrait extraire des coupes 2D qui se coupent toutes le long du vecteur $\vec{G}$. Cette étape demande une interpolation sur l'objet obtenu expérimentalement par balayage ω .

Principaux résultats 3D en géométrie de Bragg Les travaux pionniers décrits dans les articles [Williams 2003, Pfeifer 2006], ont établi les bases de l'imagerie 3D en condition de Bragg. Le signal de diffraction est collecté lors d'un balayage en ω d'une raie de diffraction. Le tenseur des données est inversé avec les algorithmes classiques. Dans ces deux études des gouttes d'or ou de plomb obtenues par démouillage sur un oxyde, ont été étudiées. Dans le cas de la goutte de plomb, la phase reconstruite comporte moins de un saut de phase. Les hétérogénéités de déplacement sont donc de faible amplitude. Mais les artefacts liés aux conditions expérimentales peuvent être du même ordre de grandeur que les phases trouvées. Les effets de l'indice de réfraction ont été traités ensuite dans l'article [Harder 2007].

¹⁰Les échantillons biologiques ont un très faible pouvoir de diffusion et sont facilement endommagés par le faisceau X. Les cellules de levures sont un sujet d'étude de choix car elles résistent bien au rayonnement.

¹¹Les techniques de reconstructions tomographiques sont nombreuses, les plus utilisées sont les méthodes MIP *maximum-intensity projection*, FBP *filtered backprojection* ou EST *Equally Slopped Tomography*...

	[Williams 2003]	[Pfeifer 2006]
Objet	Gouttes d'Au ($1 \times 3 \times 5$) μm	Gouttes de Pb $\simeq 750nm$
Set-up	34-ID-C	34-ID-C
Bragg	pic 111 symétrique	pic 111 symétrique
Camera	CCD direct	CCD direct
Tenseurs	$440 \times 440 \times 30$	$324 \times 192 \times 48$
Sur-échantillonnage		$\simeq 8 \times 5.2 \times 2.$
Estimé initial	Boite $100 \times 100 \times 20$	
Procédure	$\simeq 10 \times (150ER + 50HIO) = 2300iterations$	$200HIO + 1000ER$
Erreur Métrique finale	$\simeq 0.04$	$0.022 - 0.024$
Déformation	Non recherchée	$\phi \in [-1.6; 1.6]rad$
Résolution	$(80 \times 80 \times 450)nm$	$\simeq 20nm$
Nb tirage	15	
Particularité	Zone de faible densité interprétée comme étant des macles en volume	Champ de déformation interprété comme le résultat de 2 dislocations
	[Newton 2010b]	[Newton 2010a]
Objet	Pilier de ZnO $D \cdot h \simeq 1 \times 2\mu m$	Bande de SOI isolé $2.3 \times 0.7 \times 0.600\mu m$
Set-up	34-ID-C	34-ID-C
Bragg	6 réflexions indépendantes	111
Camera	CCD direct	CCD direct
Tenseurs		
Estimé initial	Auto-corrélation	
Procédure	$xSW(200PC - HIO + 2ER) + 200PC - HIO + 100ER + 100ER - Phase - only$	HIO + NDHIO
Erreur Métrique final	-	
Déformation	$u_{max} = 0.09nm \simeq 0.17 \cdot c_{ZnO} \Delta\epsilon_{Recons} \simeq 3e^{-3}$	
Résolution	$50nm$ dans les trois directions	$\simeq 26 \times 15 \times 26nm$
Nb tirage	-	-

TAB. 5.5 – Résultats publiés relatifs à inversion 3D en condition de Bragg

Les défauts de l'illumination et du front d'onde n'ont pas été traités.

Tenseur complet des déformations dans un pilier de ZnO Une avancée méthodologique intéressante est décrite dans la publication [Newton 2010b]. Plusieurs raies d'un même mono-cristal de ZnO ont été inversées. Ainsi les trois composantes du champ de déplacement sont connues. Le tenseur total des déformations peut alors être déduit dans tout l'objet avec une très bonne résolution. Expérimentalement, la réussite des mesures sur plusieurs raies reposent sur deux particularités : l'échantillon et le dispositif expérimental. le micro-pilier est isolé dans l'espace direct (donc dans l'espace réciproque). Lors des grands mouvements du goniomètre nécessairement effectués pour aller chercher des réflexions asymétrique, l'objet est remis rapidement sur le faisceau grâce à un microscope confocal. L'expérience a été réalisée sur la ligne de lumière ID-34-C au synchrotron APS.

Néanmoins, l'objet reste très faiblement déformé : $\Delta u_{max} = 0.09nm$ soit moins de un cinquième de plan atomique (plan de type 200). Les reconstructions restent donc sensibles à toutes les imperfections.

Echantillon *Highly strained* ? Une technique est proposée pour traiter le cas des échantillons fortement déformés [Newton 2010a]. L'approche traitée dans le cadre du formalisme des projections consiste à appliquer une condition sur la densité de l'objet en cours de reconstruction moyennant des seuils haut et bas. L'exemple numérique sur lequel est testé l'approche est modérément déformé : il est le siège d'une phase présentant un seul saut de phase ! Sa faculté à être efficace sur des échantillons siège de plusieurs sauts de phase reste à établir.

5.4.3 Conclusion

La convergence des algorithmes de reconstruction de phase reste un des verrous de l'imagerie cohérente en condition de Bragg. La technique semble fonctionner pour les objets très peu déformés. En revanche, pour les objets sièges de fluctuations importantes de déplacement, il est clair que la technique reste difficile. L'inversion expérimentale d'objets fortement déformés reste un vrai défi. Dans le cas d'un champ inhomogène u sensiblement quadratique, une reconstruction a fonctionné en 2D. Une reconstruction 3D irréfutable reste à établir. Il est encore nécessaire d'appuyer une reconstruction par des indices indépendants concordants.

5.5 Application aux données collectées sur les films polycristallins d'or

Fort des enseignements issus des simulations et des avancées décrites dans la littérature, des inversions des données expérimentales ont été tentées. Plusieurs approches ont été testées en considérant les principales caractéristiques des données obtenues. Trois grains ont été caractérisés en 3 dimensions lors des différentes campagnes de mesures. Mais quelles sont les données les plus adaptées à l'inversion ?

Critères de sélection de données inversables Les caractéristiques de ces trois familles de mesures sont rappelées dans le tableau 5.6. Les principaux critères que doivent remplir des données pour être intéressantes à inverser, sont par ordre d'importance les suivants :

1. Aucun recouvrement dans les trois directions (i.e. $\sigma_i^{Over} > 1$)
2. Sur-échantillonnage adéquat
3. Meilleure dynamique possible
4. Mesure la plus étendue possible dans l'espace réciproque

Dans la mesure du possible, il est préférable d'anticiper ces paramètres, en adaptant à l'avance les résolutions de mesures à la taille de l'objet étudié. Les résolutions de mesures dépendent de l'énergie, de la caméra, de la distance échantillon-caméra, du matériau, des réflexions de Bragg choisies. Ces dépendances impliquent une certaine variété de conditions de mesure dans le cas des échantillons d'or étudiés. Dans le cas des polycristaux étudiés, cette anticipation ne pouvait malheureusement être que partielle. En effet, l'objet diffractant n'a été connu avec certitude qu'après l'expérience. L'échantillonnage dans la direction ω a été vérifié seulement après les mesures (cf §. 4.4). Les possibilités du moteur ω (i.e. pas minimal) fixe la dimension limite pour éviter le recouvrement des données dans cette direction lors de l'inversion. Cette limite d'échantillonnage minimal a heureusement été remplie dans le cas des mesures sur les échantillons S1 et P3. Le second choix important est le choix judicieux du sur-échantillonnage. Un échantillonnage conséquent peut être bénéfique à la convergence des algorithmes. Mais si il est trop important, l'objet reconstruit est dramatiquement peu résolu dans l'espace direct¹². Par exemple, mesurer un objet de $1\mu m$ avec un sur-échantillonnage de 25 avec une caméra de 256 pixels, entraîne une reconstruction où l'objet est décrit seulement par 10 pixels. Il faut également toujours garder en tête que travailler avec des tenseurs de données importants a une influence directe sur le temps de calcul et par suite sur la possibilité de varier les tests de reconstruction. Des valeurs de sur-échantillonnage autour de 5 semblent être les plus adaptés.

La dynamique de mesure est importante pour décrire les détails fins des taches de diffraction. Cette dynamique de mesure dépend de nombreux paramètres, mais

¹²Si le champ de la caméra est trop petit, il est possible de la déplacer pour mesurer plus loin dans l'espace réciproque. Ceci s'avère néanmoins peu aisé lors de mesures en 3D.

Echantillon	S1	P3	S0
Energie keV	8.10	11.914	5.26
Tenseur	$384 \cdot 576 \cdot 41$	$128 \cdot 128 \cdot 128$	$1024 \cdot 1024 \cdot 22$
Max-Dynamique (photon)	$\simeq 12000$	$\simeq 50000$	3000
Somme photons collectés	$\simeq 32e^6$	$\simeq 30e^6$	$130e^6$
Resolution δq_{ccd} ($\text{\AA}^{-1}$)	$1.0553e^{-4}$	$2.913e^{-4}$	$2.548e^{-5}$
Resolution δq_{ω} ($\text{\AA}^{-1}$)	$4.6577e^{-4}$	$2.3287e^{-4}$	$6.8464e^{-4}$
$(\sigma_{Del} \times \sigma_{Nu} \times \sigma_w)_{Over}$	$\simeq (15 \cdot 8 \cdot 4)$	$4.8 \times 2.1 \times 2.2$	-
Taille pixel RD	$(15.5 \cdot 15.5 \cdot 20) \text{ nm}$	$(16.8 \cdot 16.8 \cdot 21.4) \text{ nm}$	
Nombre de pics	3 températures	25 températures	2 azimuth du même pic 111
Localisation grain	Approximative	Certaine	Pas du tout
Ordre2	Non	Oui	Non

TAB. 5.6 – Principales caractéristiques des données 3D collectées durant les différentes campagne expérimentales

il est préférable d'allonger le temps de mesure au mieux pour obtenir des pics couvrant jusqu'à cinq ordres de grandeurs. Ce point entre en compétition avec le sur-échantillonnage. Un allongement du temps de mesure implique une diminution du nombre de coupes le long du balayage en ω . L'extension dans l'espace réciproque est un aspect lié à cette problématique de dynamique de mesure. Loin du noeud de l'espace réciproque, l'intensité diffractée est faible. Il faut alors ajuster au mieux la position de la caméra pour obtenir le meilleur couple échantillonnage-extension possible.

En résumé, "l'inversioniste" doit choisir les meilleurs compromis entre les possibilités expérimentales qui s'offre à lui et ces quatres points.

5.5.1 Reconstruction SW sur grain de S1

Les données 3D obtenues sur un grain du polycristal isolé de S1 remplissent ces principaux critères. Des calculs d'inversion ont été donc effectués sur ces données. La connaissance de l'objet diffractant est approximative, ainsi une approche d'inversion en utilisant une adaptation de support via la procédure de SW a été utilisée. Le support initial a été pré-supposé en prenant en compte les interfranges dans les trois directions. Dans le repère de mesures, ces interfranges donnent des tailles de $(D_{Nu}, D_{\omega}, D_{Del}) = (750 \times 240 \times 390) \text{ nm}$. Le support est donc choisi comme un parallélépipède correspondant à ces dimensions.

5.5. Application aux données collectées sur les films polycristallins 67

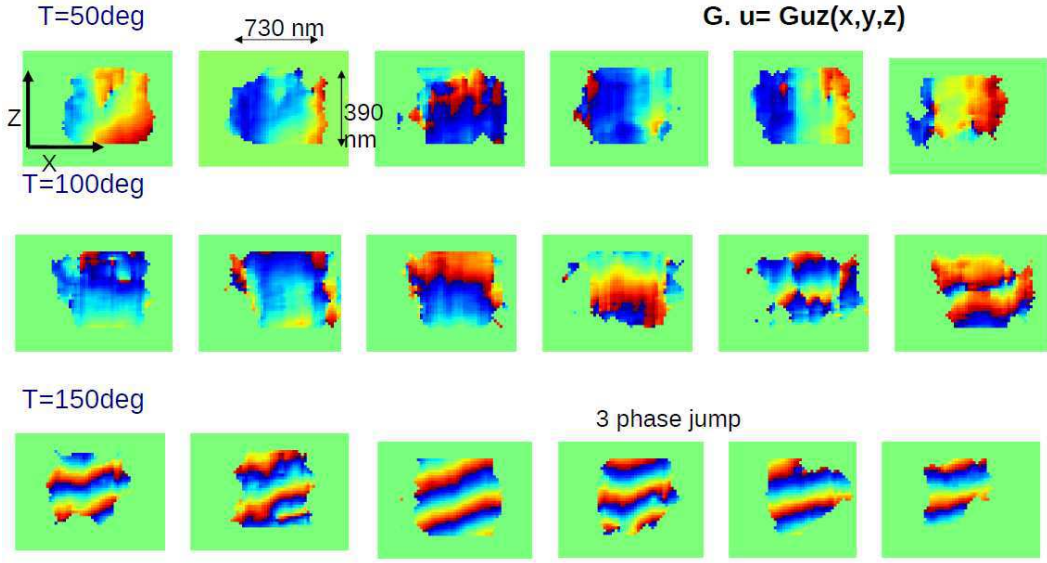


FIG. 5.11 – Tentative de reconstructions sur le grain de $S1$ par SW (coupes au niveau du centre de l'objet espacées de $\Delta y = 15 \text{ nm}$)

Ce support a été utilisé pour un premier cycle composé d'une succession de $750ER + 250HIO$. Au bout de cette séquence, un SW a été effectué avec un seuil de 0.1. Le nouveau support est alors réutilisé pour la séquence suivante. Finalement la procédure est composée d'environ $50000FFT$ (50 heures de calcul avec code scilab). Le nombre d'itération d'ER et HIO a été choisi assez grand pour essayer de faire concentrer au maximum la densité autour de la bonne solution. Cette reconstruction est effectuée sur les trois pics 3D obtenus à $T = 50, 100$ et $150^\circ C$. Six coupes de la phase de l'objet reconstruit sont présentées dans la figure 5.11 pour les trois températures. Il s'agit de coupes 2D perpendiculaires à l'axe $\vec{e}_z$ au niveau du centre du grain espacées de 15 nm . La forme reconstruite n'est pas identique pour les trois températures. Comme la forme du grain n'a pas évolué, il s'agit d'artefacts de reconstruction. Cette procédure simple basée sur les algorithmes ER, HIO et SW ne semble pas efficace avec ces données. Effectuer une reconstruction à l'aveugle sur ces grains polycristallins fortement déformés semble être difficile sans informations supplémentaires.

Excentrement des données expérimentales D'autre part à $T = 150^\circ C$, des sauts de phases sont reconstruits dans la direction z . Il s'agit en réalité d'un effet de dilatation thermique. Le barycentre de la tache de diffraction bouge avec l'évolution du paramètre de maille de l'or. Or cette composante linéaire du champ de déplacement n'est pas recherchée. Il est préférable de la supprimer pour analyser les données. Notons $\Phi = \vec{G} \cdot \vec{u}$, pour alléger l'écriture. Supprimer cette composante

homogène revient à ajuster une pente 3D moyenne du pic modulo 2π .

$$\Phi'(\vec{r}) = \Phi_{retrieved}(\vec{r}) - (\vec{\alpha} \cdot \vec{r} + \beta) [2\pi] \quad (5.26)$$

Typiquement un gradient directionnel de saut de phase dans la direction du 2θ ($\sim Del$) doit faire penser à la présence d'une déformation moyenne.

5.5.2 Reconstruction 3D en température sur le grain #g1 de P3

Le traitement des données du grain #g1 de P3 sera effectuée en injectant des informations supplémentaires lors des étapes de reconstruction.

Données Les données de P3 ont été collectées avec la caméra MediPix 256×256 pixels, mais seule la partie centrale de 128×128 pixels a été considérée. Le signal collecté sur les bords de la caméra est trop faible pour être pris en compte. Compte-tenu des paramètres expérimentaux, les résolutions de mesure sont les suivantes :

$$\begin{cases} \Delta q_{ccd} = 128 \cdot \delta q_{ccd} = 128 \times 2.913e^{-4} \text{ \AA}^{-1} \\ \Delta q_{\omega} = 128 \cdot \delta q_{\omega} = 128 \times 2.329e^{-4} \text{ \AA}^{-1} \end{cases} \Rightarrow \delta x_{Del} \cdot \delta x_{Nu} \cdot \delta x_{\omega} = (16.8 \cdot 16.8 \cdot 21.4) \text{ nm}$$

La taille des pixels équivalents dans l'espace direct sont autour de la vingtaine de nanomètres dans les trois directions. Comme les dimensions de l'objet diffractant sont connues, il est possible d'évaluer l'échantillonnage :

$$\sigma^{Over} = \sigma_{Del} \times \sigma_{Nu} \times \sigma_{\omega} = 4.8 \times 2.1 \times 2.2 \quad (5.27)$$

Chacunes des valeurs est bien supérieure à 1, il n'y aura pas de recouvrement de la reconstruction dans l'espace direct. Plus précisément en prenant en compte la forme exacte du grain, l'objet est représenté par 73428 pixels dans l'espace de mesure correspondant au pic 111. Le rapport de sur-échantillonnage volumique est donc :

$$\sigma_{Over}^{3D} = \frac{128 \times 128 \times 128}{73428} = 28.6 \simeq 3.06^3$$

La résolution est différente avec les données du pic 222. Le pas du balayage ω est inchangé à 0.005° . Ainsi la résolution dans cette direction est plus faible pour ces mesures, ce qui implique une meilleure résolution dans l'espace direct de la potentielle reconstruction car l'extension de la mesure est plus grande :

$$\Delta q_{\omega}^{222} = 128 \times 4.6574e^{-4} \text{ \AA}^{-1} \Rightarrow \delta x_{\omega} = 10.5 \text{ nm}$$

Mais le rapport d'échantillonnage est diminué à $\sigma_{\omega}^{222} = 1.08$ dans cette direction. La limite de recouvrement n'est pas franchie. la résolution dans le plan de la caméra et les sur-échantillonnages sont les même qu'à l'ordre 1 puisque la distance échantillon-caméra et l'énergie sont inchangées. Les données à l'ordre 2 peuvent également être inversées.

Projection de la forme du support dans l'espace réciproque La forme du grain diffractant est connue : sa contribution sur le signal de diffraction est donc calculable. Il suffit de projeter cette forme dans l'espace de mesure. Ceci est réalisé en plusieurs étapes resumées dans les schémas 5.12.

- La forme du grain est déduite de l'image de microscopie électronique (cf squelette §. 4.4) Une image binaire de la surface du grain est créée avec les résolutions de mesure MEB.
- Cette image binaire est ensuite redimensionnée. Il s'agit de se placer dans l'espace correspondant aux résolutions déduites de celle du pic de diffraction. La forme du grain dans cet espace apparaît aplatie dans la direction ω
- La surface du grain est ensuite extrudée en épaisseur avec la bonne extension et résolution. On suppose que le grain présente une structure colonnaire.
- Il faut passer dans un repère monoclinique incliné de l'angle d'incidence ω (figure 5.12c,d). Lors du découpage, la caméra découpe le signal avec cette inclinaison (cf §. 4.5.1)

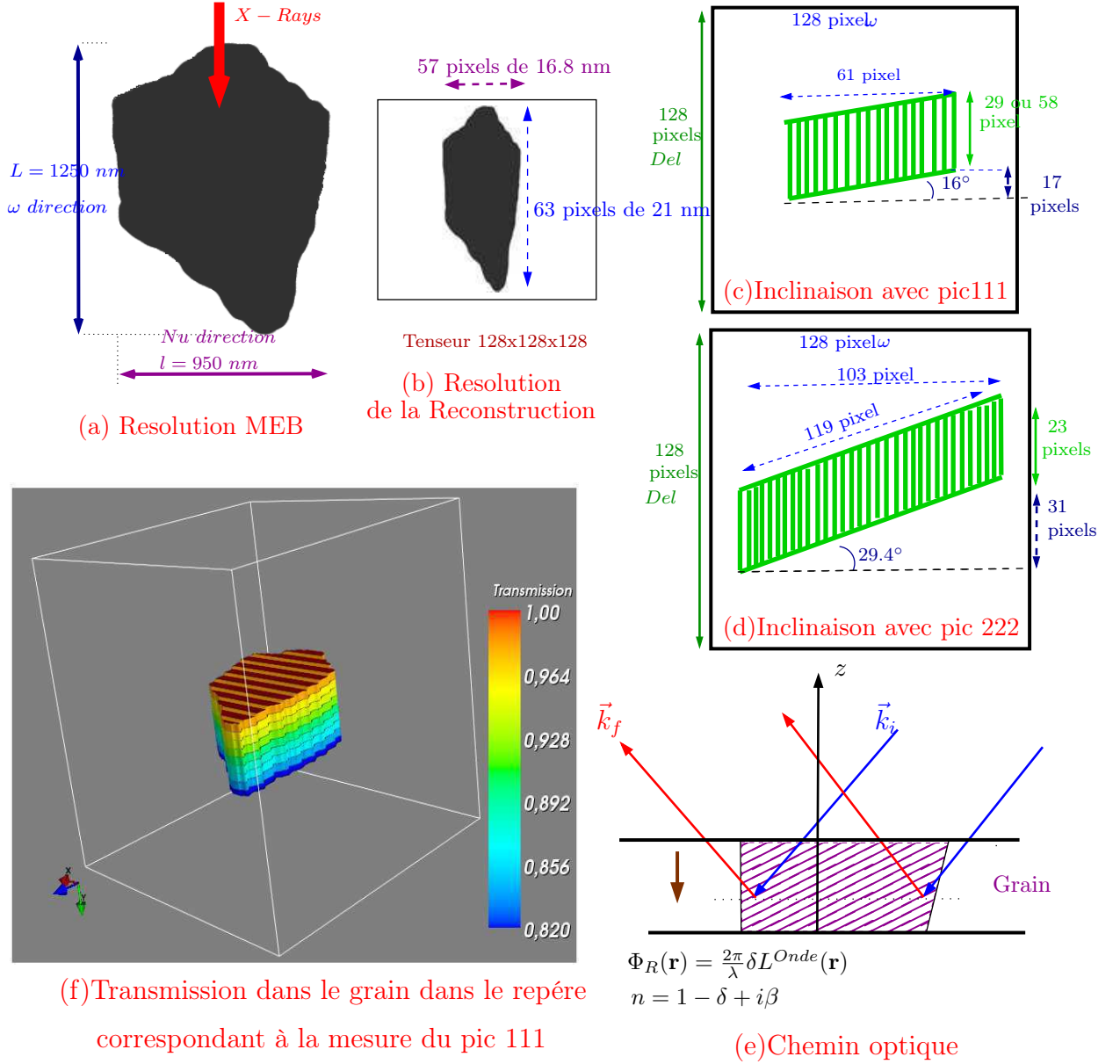
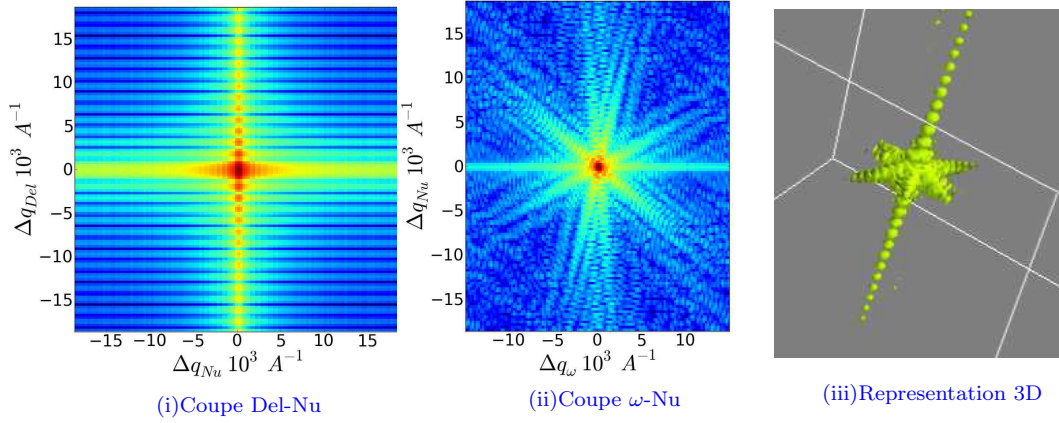


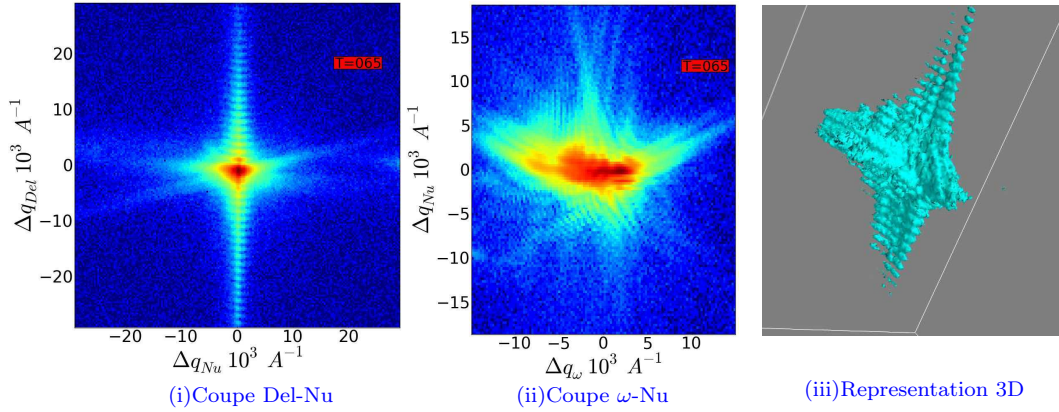
FIG. 5.12 – Création du support aux bonnes résolutions à partir de l'image MEB du grain imagé de l'échantillon P3

5.5. Application aux données collectées sur les films polycristallins 171

- Les effets du coefficient de réfraction doivent être pris en compte (cf §.2.5.4 et [Harder 2007]). Les calculs d'absorption sont très simples dans notre cas. Il n'y a qu'une dépendance en z puisque notre grain est entouré d'autres grains d'or (figure 5.12e). L'allure de la fonction transmission est tracée en 3D figure 5.12f. Au niveau de l'interface avec le substrat, le faisceau est absorbé de près de 18%.



(a) Pic de diffraction simulé à partir de la forme de l'objet



(b) Pic expérimental correspondant ($T = 65^\circ$)

FIG. 5.13 – *Comparaison entre la figure de diffraction expérimentale sur le grain imagé de P3 (déformé) et le calcul de la même tache issue uniquement de la projection adéquate de la forme de l'objet dans l'espace réciproque*

Avec ce support, il est alors aisé de calculer la contribution des effets de taille sur le signal de diffraction 111. Il suffit de calculer en 3D la transformée de Fourier de

$$I(q)^{Shape} = |TF\rho(\vec{r})|^2$$

Une comparaison avec le pic expérimental est représentée figure 5.13. En particulier les coupes $Del - Nu$ et $Nu - Omega$ sont représentées. Sur la coupe caméra (ici

dans les deux cas le pic est sommé selon l'axe q_ω et q_z), l'allure générale est respectée entre le calcul et le cas expérimental. En revanche, sur la coupe $Nu - Omega$ les différences sont très fortes. Ces distorsions se voient également très bien sur une représentation 3D des deux pics (Fig 5.13 a)iii et b)iii). Ce calcul de l'influence de la forme confirme les conclusions de l'analyse des largeurs du pic.

Les hétérogénéités de déplacement ont une influence prépondérante sur le signal de diffraction mesuré.

Procédure de reconstruction - Adaptation de l'algorithme Pour contraindre la reconstruction de phase, des conditions supplémentaires ont été appliquées dans l'espace direct. La densité reconstruite doit correspondre à la forme de l'objet corrigée de l'absorption :

$$\begin{cases} \rho(\vec{r}) = \rho_0 \cdot e^{-\beta L(\vec{r})} & \text{si } \vec{r} \in \text{Support} \\ \rho(\vec{r}) = 0 & \text{si } \vec{r} \notin \text{Support} \end{cases} \quad (5.28)$$

En dehors du support, la densité est forcée à zéro. Il s'agit d'un Error Reduction adapté, il sera désormais désigné par ER_{Rho} . Dans la pratique, la valeur de ρ_0 doit être choisie avec soin. La propriété de Parseval est utilisée. La somme du signal au carré est égal à la somme de ces composantes de Fourier au carré.

$$\int_{-\infty}^{+\infty} |x(t)|^2 dt = \int_{-\infty}^{+\infty} |X(f)|^2 df \Rightarrow \int |\rho_0 e^{i\vec{G} \cdot u(\vec{r})}|^2 d\vec{r} = \int I(\vec{q}) d\vec{q}$$

En considérant l'absorption, la valeur de la constante est donc ajustée comme suit :

$$\rho_0 = \sqrt{\frac{\sum I(q)}{N_x N_y N_z \sum Support_\beta^2}} \quad (5.29)$$

La taille du tenseur $N_x N_y N_z$ ¹³ intervient dans le calcul. Finalement la séquence suivante de reconstruction est choisie :

$$10Seq \times (64ER + 32HIO + 64ER_{Rho}) + 128ER$$

Le dimensionnement de la procédure est assez économe. En effet la contrainte dans l'espace direct est forte. A priori un nombre limité d'itérations semble être suffisant. La condition de densité constante n'est pas appliquée lors des étapes de HIO. Ainsi, la reconstruction peut éventuellement s'échapper d'un minimum local. Cette procédure a été raisonnable en temps de calcul autour de 100 heures (équivalent 1 CPU) pour les 16 pics inversés. La procédure a été lancée 5 fois consécutivement sur 16 pics (10 pics lors de la montée, et 6 pics lors de la descente en température). Finalement, la reconstruction à plus faible erreur métrique est choisie.

¹³Cette normalisation dépend des *fft* utilisées.

Résultats L'évolution en température de trois coupes perpendiculaires de l'objet sont reportées figure 5.14. Il s'agit des trois coupes orientées comme dans la figure 4.23. A température ambiante sur la coupe $Nu-\omega$, la différence d'hétérogénéité entre les deux directions est claire. Il y a plus de sauts de phase dans la direction ω . Lorsque la température augmente, cette différence a tendance à diminuer. Les sauts de phase sont plus uniformément répartis en surface. A la descente, les hétérogénéités diminuent dans la direction Nu . En fin de cycle, l'anisotropie $Nu-\omega$ des hétérogénéités de déplacement est reproduite comme en début de cycle.

Cette signature dans la direction Nu se voit bien dans les coupes $Del - Nu$. Le nombre de sauts de phase augmente puis diminue. Dans l'épaisseur du film, un comportement moins hétérogène est observé. La phase est uniforme dans des bandes. Il y a peu d'évolution au cours du cycle. Les hétérogénéités de déplacement sont faibles et le restent dans cette direction. Toutes ces tendances reproduisent bien le pic de diffraction à chaque température. Les coupes caméra et $Nu - \omega$ reconstruites sont tracées figure 5.14.

Pour le moment, il s'agit de résultats qualitatifs améliorés (les pics ne sont encore pas suffisamment bien reproduits (i.e. $Er > 10^{-2}$). Néanmoins des informations supplémentaires sont apportées par rapport à une simple analyse de largeurs de pic.

Améliorations à apporter Une petite désorientation en Nu du support par rapport à la surface du grain pourrait être bénéfique à la reconstruction (cf figure 5.13a)i). Expérimentalement la tige pointant dans la direction Nu est légèrement inclinée. D'autre part, une tige importante n'est pas reproduite avec les facettes de la forme. Cette tige est à peu près séparée de 70° de la tige correspondant aux plans 111 parallèles à la surface. Ainsi, elle semble correspondre à une coupure très nette de l'objet suivant un plan de type 111. En toute vraisemblance, il s'agirait de la signature d'une macle. Comme sur les images de microscopie, elle n'est pas visible, il pourrait s'agir d'une macle enchâssée en volume. Des analyses complémentaires sont en cours avec ajustement du support. Il s'agit d'ajuster au mieux une macle en volume de forme inconnue dans le grain. La normale du plan de macle est heureusement connue avec précision grâce à la direction de la tige dans l'espace réciproque.

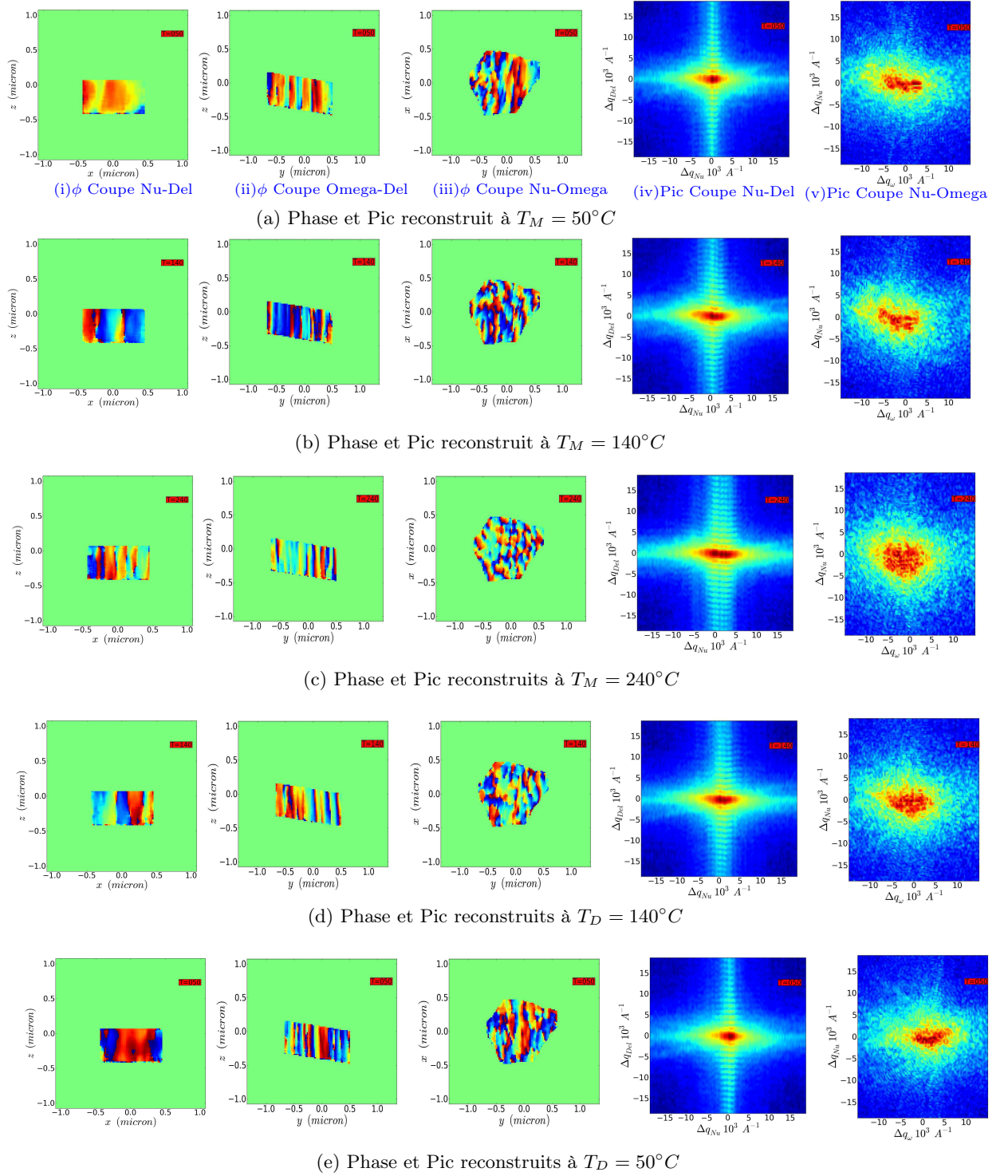


FIG. 5.14 – Résultats de l'inversion 3D en température sur le grain #g1 de P3

Analyses quantitatives de ces résultats expérimentaux Un traitement plus quantitatif de ces résultats nécessite un traitement particulier. Plusieurs sauts de phase sont reconstruits, la tache est complexe. Pour quantifier proprement le champ de déplacement un dépliage de la phase est nécessaire. Mais ce dépliage de phase doit être réalisé seulement après avoir vérifié la non présence d'une composante homogène dans le champ de déplacement (cf §. 5.5.1).

Les pics $I(q)(T)$ de #g1 de P3 ont été centrés avant le début des reconstructions autour du barycentre de la tache. Ainsi, il ne devrait pas y avoir de composante linéaire dans le champ de déplacement reconstruit. De plus contrairement à l'étude numérique (§.5.2), les reconstructions ne sont pas laissées libres de converger à une translation près ou à l'orientation près puisque les étapes de ER_{Rho} force les phases à converger vers la solution centrée autour de la forme projetée.

Dépliage de la phase Le dépliage des sauts de phase est un point essentiel pour pouvoir utiliser les données après la reconstruction. Il s'agit simplement d'obtenir la carte du champ u dans un espace décimal et non plus modulo 2π . Il est particulièrement ardu d'automatiser cette étape en 3D. Un cas simple à une dimension est illustré dans le schéma ci contre. Le dépliage de phase est un domaine de recherche à part entière. En effet, c'est une problématique rencontrée dans de nombreuses techniques interférométriques (Astro-physique- Interferometrie , réflectométrie ...). Le point difficile est la recherche d'algorithmes performants dans le cas des objets trois dimensions. Des techniques efficaces ont tout d'abord été élaborées en 2D [Itoh 1982, Bioucas-Dias 2007] puis étendues au cas 3D [Hooper 2007, Zhong 2009].

Si le champ est déplié, il est très aisé d'analyser le champ de déplacement, son évolution avec la température... La déformation peut en être déduite. Les comportements mécaniques sont alors quantifiables à l'échelle de quelques dizaines de nanomètres.

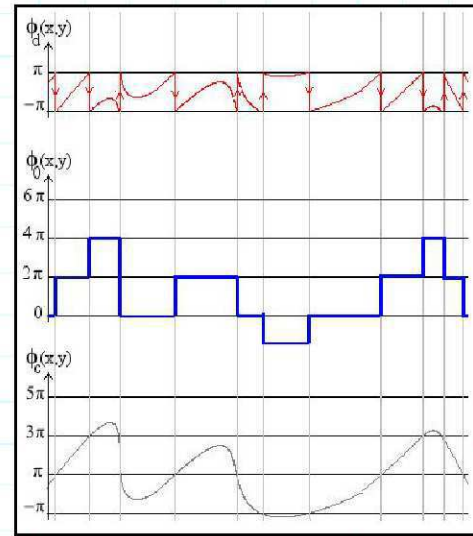


FIG. 5.15 – Principe du dépliage de phase

5.5.3 Discussion méthodologique

Quelles sont les limites expérimentales de cette technique de reconstruction de phase en condition de Bragg ?

Limite de Taille de l'objet sondé En dehors du problème de courbure de la sphère d'Ewald qui peut être réglé par interpolation astucieuse, le problème de la divergence du faisceau au niveau de l'échantillon est un facteur limitant rédhibitoire. En effet, la résolution dans la direction du faisceau ne peut être réduite sous la divergence de celui-ci. Ceci implique directement une restriction sur la taille maximale des objets observables. Les franges des objets trop grands auront du mal à être résolues. Il reste complexe de placer une caméra à plus de 2 mètres de l'échantillon avec des goniomètres quatre-cercles. Il faut également prendre en compte le problème du volume diffractant qui ne doit pas être trop réduit et les longueurs de cohérence. Ainsi la diffraction cohérente en vue de faire de l'inversion en condition de Bragg est utilisable pour une gamme d'objets dont les dimensions sont dans une gamme de $100\text{nm} \rightarrow 2\mu\text{m}$.

Comment vérifier le sens physique des résultats obtenus ? Il s'agit du point essentiel pour mettre en perspective les résultats obtenus par inversion. Comme vu précédemment, la notion de convergence des algorithmes ne possède pas forcément une réponse évidente. Il faut donc absolument des indices complémentaires qui corroborent les résultats d'inversion.

Cas des grains polycristallins La manière la plus élégante de vérifier les résultats d'inversion sur le grain #g1 de P3, aurait été de retrouver à partir du signal de diffraction en version shrink-wrap intégrale, la décroissance de la densité dû à l'absorption et surtout retrouver la forme de l'objet qui a été déterminée de manière indépendante. Cette possibilité n'est pas exclue dans l'absolu avec une procédure de reconstruction astucieuse.

La comparaison des résultats avec les simulations éléments finis peut constituer une preuve de la véracité de la reconstruction. Les simulations éléments finis sont possibles pour les agrégats polycristallins (élasticité et visco-plasticité) en utilisant des codes adéquats. Il reste néanmoins difficile d'introduire les bonnes conditions en terme de contraintes résiduelles dans les grains. Ces contraintes résiduelles et la présence de défauts ont une grande influence sur les taches de diffraction.

Le problème redoutable de l'aliasing (Replis de spectre) L'utilisation des FFT numériques entraîne un défaut de crénelage. Des tiges de diffraction traversent en quelque sorte le tenseur pour réapparaître à la position opposée. Il n'est malheureusement pas possible mathématiquement d'éliminer rigoureusement cet effet de crénelage. Mais il est toutefois possible de le réduire. Une technique courante est de suréchantillonner le signal à une fréquence d'échantillonnage nettement supérieure à la fréquence voulue, puis de lui appliquer des traitements (filtre passe bas...). On peut alors redescendre en toute sécurité à la fréquence d'échantillonnage de travail. Cette méthode nécessite une puissance de calcul très importante. Cette étape supplémentaire devrait être réalisée à chaque boucle des algorithmes d'inversion.

5.6 Techniques connexes et problématiques émergentes

Les reconstructions de phases 3D pour des objets fortement déformés est difficile et nécessitent beaucoup de précaution. La technique présente des limitations intrinsèques. La mesure expérimentale est maintenant largement maîtrisée mais l'étape numérique de reconstruction de phase pose encore des problèmes. C'est pourquoi, des techniques alternatives comme l'holographie ou la ptychographie sont en cours de développement pour contourner ces problèmes et/ou ces limitations. Cette section se propose d'aborder succinctement ces dernières avancées pour les mettre en perspective avec la diffraction cohérente classique.

5.6.1 Holographie

L'holographie est l'une des alternatives envisageables. Dans le domaine des rayons X, elle est rendue possible grâce à la cohérence du faisceau. Elle repose sur une propriété simple de la transformée de Fourier. Si un système composé d'un cristal déformé $Obj(\vec{r})$ et un cristal de référence non déformé $R(\vec{r})$ séparés d'une distance $\vec{r}_0$, est illuminée de manière cohérente. Alors la transformée de Fourier inverse du signal de diffraction (ou Patterson) peut se réécrire en utilisant la propriété d'associativité du produit de convolution :

$$\begin{aligned} Patterson(\mathbf{r}) &= \mathcal{F}^{-1}(I(\vec{q})) = (Obj(\mathbf{r}) + R(\mathbf{r})) \otimes (Obj(-\mathbf{r}) + R(-\mathbf{r})) \\ &= Obj \otimes Obj + R \otimes R + (Obj \otimes R)(\mathbf{r} + \mathbf{r}_0) + (Obj \otimes R)(\mathbf{r} - \mathbf{r}_0) \end{aligned}$$

Si le cristal de référence est suffisamment petit pour le considérer comme un dirac, les termes $(Obj \otimes R)$ se simplifient en $Obj(\mathbf{r} + \mathbf{r}_0)$ et $Obj^*(\mathbf{r} - \mathbf{r}_0)$. En effectuant la transformée de Fourier inverse de l'hologramme, l'objet initial est donc reproduit deux fois en $\mathbf{r} + \mathbf{r}_0$ et $\mathbf{r} - \mathbf{r}_0$. En géométrie de Bragg, la phase de l'objet est alors directement utilisable pour en déduire le champ de déplacement intra-grain.

La procédure d'inversion est réduite à une seule transformation de Fourier inverse.

Il s'agit du point fort de la technique. L'analyse de données est très simple ! Cette technique a été utilisée en imagerie cohérente à l'ordre zéro notamment lors d'une expérience décrite dans l'article [Stadler 2008]. Plus récemment, elle a été appliquée à une réflexion de Bragg sur un échantillon de *SiGe* de 200 nm d'épaisseur [Chamard 2010b]. Il s'agit d'un résultat en 3D permettant de remonter au champ de déplacement interne dans l'objet.

Exemple numérique Pour illustrer cette technique, l'exemple numérique de la section 2 est repris avec l'objet 10 présentant 6 sauts de phase. Une référence est placée à environ 2 μm de l'objet (Fig. 5.16a). Un premier calcul est réalisé en considérant une référence parfaite de 25×25 nm possédant une densité constante et une phase nulle. Le pic de diffraction est calculé par transformée de Fourier et un bruit poissonien est ajouté. A partir de ces données numériques (la phase est perdue),

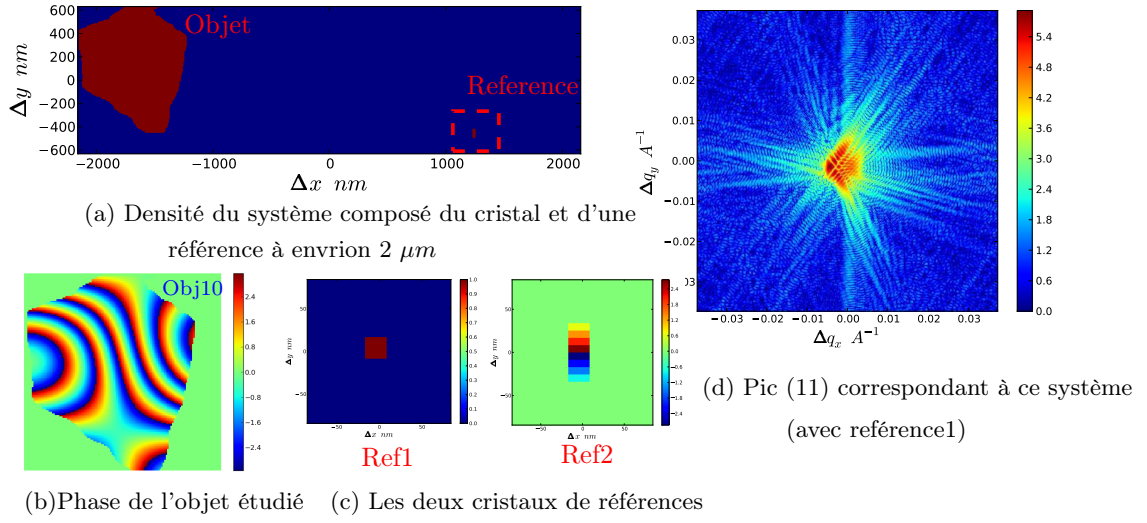


FIG. 5.16 – *Système numérique étudié par holographie*

la Patterson est déduite. L'amplitude et la phase de cette Patterson sont reportées figure 5.17a,b. Le détail de la reconstruction sur la zone d'intérêt est reporté figure 5.17c. Le résultat est impressionnant ! La phase est reconstruite très correctement. La forme est légèrement surestimée par effet de convolution avec la référence.

La même procédure est maintenant réalisée avec un cristal de référence imparfait. Cette référence 2 de forme rectangulaire $75 \times 25 \text{ nm}$ est le siège d'un champ interne correspondant à un saut de phase. La reconstruction de l'objet est perturbée bien que l'allure générale soit encore respectée. Mais quantitativement, la précision sur le champ u est médiocre. La densité est moins uniforme et la phase présente des décrochages.

Il s'agit peut-être du point le plus gênant de la technique. Expérimentalement en condition de Bragg, il reste complexe d'élaborer un système avec une référence adaptée. Il faut avoir un cristal référence de même orientation, le plus petit possible, non déformé et situé à une position adéquate de l'objet d'étude. Ces contraintes vis à vis de l'échantillon sont lourdes. Pour un échantillon polycristallin, il faudrait graver un objet et une référence à partir d'un même grain pour avoir la même orientation. L'état de déformation interne de la référence serait indéterminé.

5.6.2 Ptychographie

La ptychographie est une technique de reconstruction de phase originale. Elle consiste à acquérir le signal de diffraction cohérente d'un objet en balayant un faisceau plus petit sur celui-ci. A chaque pas du balayage un recouvrement est assuré. Ainsi un nombre important d'informations issues de l'échantillon et du faisceau sont collectées lors de ces mesures. Un algorithme spécial (*PIE : Ptychographic Iterative*

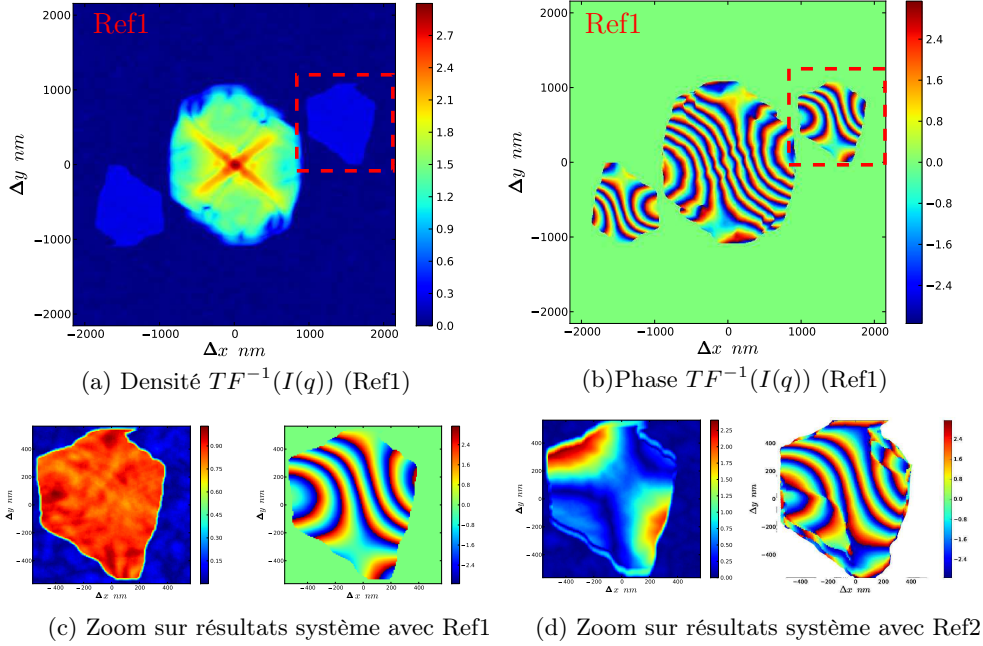


FIG. 5.17 – objet reconstruit en considérant les deux références

Engine) a été développé pour utiliser ces données [Faulkner 2004, Faulkner 2005]. Il semble particulièrement efficace et rapide. Les premiers travaux ont été réalisés en diffraction électronique. Puis ces idées ont été adaptées et utilisées dans le domaine de la diffraction des rayons X à l'ordre zéro [Dierolf 2010a, Dierolf 2010b] Cette technique semble particulièrement attractive pour plusieurs raisons :

- Des échantillons plus grands que le faisceau peuvent être étudiés, ouvrant la voie à de nombreux types de matériaux. En diffraction cohérente classique, les échantillons (dimensions) doivent être choisis avec soin.
- Les imperfections du faisceau incident peuvent être déduites des données. La reconstruction de l'objet est ainsi beaucoup plus sûre. Ce point est important puisque les optiques adaptées aux rayons X et sans aberrations sont toujours difficiles à concevoir. En diffraction cohérente classique, les défauts du front d'onde peuvent produire des artefacts non négligeables dans les reconstructions.
- La convergence de l'algorithme semble être très rapide. Cette étape serait une simple formalité, pouvant s'effectuer en direct lors des campagnes de mesures synchrotrons.

Cette technique est néanmoins un peu plus lourde expérimentalement. Elle reste à ce jour non transposée avec succès en géométrie de Bragg. Cette adaptation est l'objet de recherches. Dans le cas d'échantillons polycristallins (i.e. objet non isolé dans l'espace réciproque), cette technique est tout à fait utilisable. Il suffit de choisir un grain bien isolé dans l'espace réciproque (par exemple en faisant l'acquisition

d'une figure de pôle haute résolution §. 4.3). Lors des balayages, le faisceau illumine des grains voisins mais ces grains diffractent dans d'autres directions. Le signal est parfaitement utilisable. Cette approche pourrait être une alternative séduisante dans cette problématique d'étude du comportement mécanique des polycristaux.

Synthèse Chapitre 5

Les techniques de reconstruction de phase peuvent être utilisées avec des échantillons fortement déformés. Néanmoins comme montrent des simulations numériques, le taux de réussite des reconstructions décroît fortement lorsque le nombre de sauts de phase présent dans les objets augmente. Un taux de 3% de réussite est obtenu pour des objets sièges de 6 sauts de phase. Mais lorsque la convergence est atteinte, les reconstructions sont très précises : les erreurs de reconstruction du champ de déplacement sont de l'ordre de 3 *pm* sur des données bruitées.

Les reconstructions de phases 3D sur des données expérimentales est un challenge difficile. A ce jour, aucune reconstruction 3D sur des objets fortement déformés a été réalisée. Les aspects numériques jouent un rôle important. Par exemple travailler avec des tenseurs $1024 \times 1024 \times 1024$ nécessite d'effectuer des transformées de Fourier sur des objets de plus de 8 GB. Des conditions supplémentaires peuvent être rajoutées dans les algorithmes pour faciliter les reconstructions.

Finalement des reconstructions 3D sur le grain #g1 de P3 ont été effectuées lors de différentes étapes d'un essai thermo-mécanique. Ces reconstructions permettent d'évaluer le champ de déplacement $u_z(x, y, z)$ dans ce grain unique en trois dimensions avec une très bonne résolution dans l'espace direct dans chacune des directions : $\sim 17 \times 17 \times 22$ nm. Dans une direction, le champ de déplacement évolue fortement et suit un comportement quasi réversible lors de la descente en température. La réponse mécanique du grain #g1 est donc anisotrope.