

ANF MicroDiffraction Laue

Analyse de diagrammes de diffraction Laue

J.-S. Micha

Univ. Grenoble Alpes/UMR SYMMES

CRG-IF BM32 @ ESRF

micha@esrf.fr



ANF MicroDiffraction Laue

De la mesure au traitement des données
Grenoble, 26-29 septembre 2017



Objectifs

Comprendre les concepts, connaître le vocabulaire

Représentation de l'information, traitement d'image,
Méthode d'indexation, modèle d'ajustement

Faire connaissance avec ses données

Analyse manuelle (interface graphique)
Evaluer le niveau d'automatisation

Reconnaitre des données exploitables

Distinguer les taches appartenant au diagramme d'un grain
Reconnaitre les bonnes taches des mauvaises

Obtenir des données fiables et ayant du sens

Interpréter les résultats d'ajustement d'un modèle

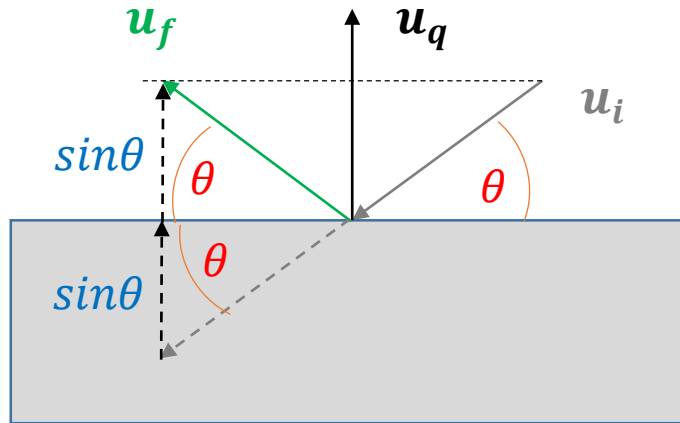
1- Notions et concepts

2- L'analyse par étapes

3- La suite logicielle LaueTools

1- Guide de survie: Le minimum de mathématiques

Réflexion d'un faisceau incident \mathbf{u}_i sur un miroir de normale \mathbf{u}_q (choc élastique)

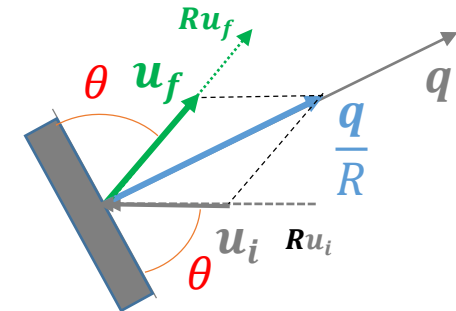


$$\mathbf{u}_f = \mathbf{u}_i + 2 \sin\theta \mathbf{u}_q = \mathbf{u}_i + 2 \left(\mathbf{u}_i \cdot (-\mathbf{u}_q) \right) = \mathbf{u}_i - 2 \frac{\mathbf{q} \cdot \mathbf{u}_i}{\|\mathbf{q}\|^2} \mathbf{q} = \mathbf{u}_i + \frac{\mathbf{q}}{R}$$

$$\|\mathbf{u}_f\| = \|\mathbf{u}_i\|$$

$$R\mathbf{u}_f = R\mathbf{u}_i + \mathbf{q}$$

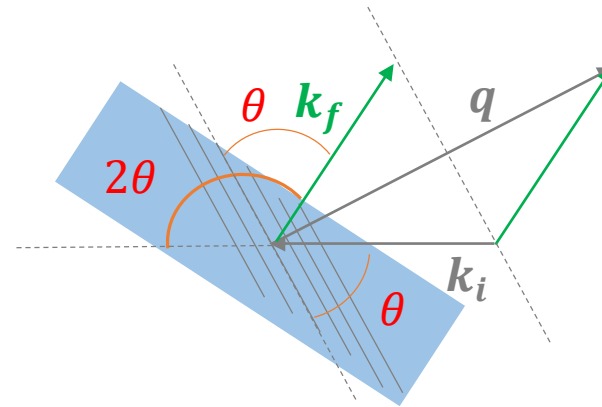
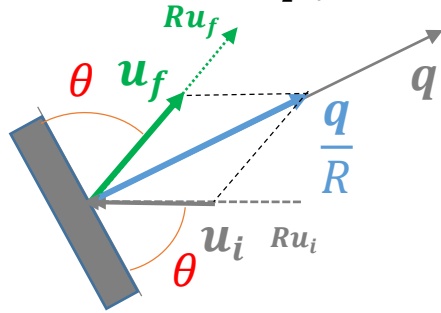
$$R(\mathbf{q}) = -\frac{\|\mathbf{q}\|^2}{2\mathbf{q} \cdot \mathbf{u}_i}$$



➤ Pour \mathbf{q} et \mathbf{u}_i donnés, on peut construire le faisceau réfléchi \mathbf{u}_f

1- Guide de survie: Le minimum de mathématiques

Réflexion de Bragg d'une onde de vecteur d'onde incident \mathbf{k}_i sur des plans atomiques de normale \mathbf{q} (diffusion élastique)



$$\frac{2\pi}{\lambda} \mathbf{u}_f = \frac{2\pi}{\lambda} \mathbf{u}_i + \frac{4\pi}{\lambda} \sin\theta \mathbf{u}_q$$

avec

$$||\mathbf{k}_f|| = ||\mathbf{k}_i|| = 2\pi/\lambda$$

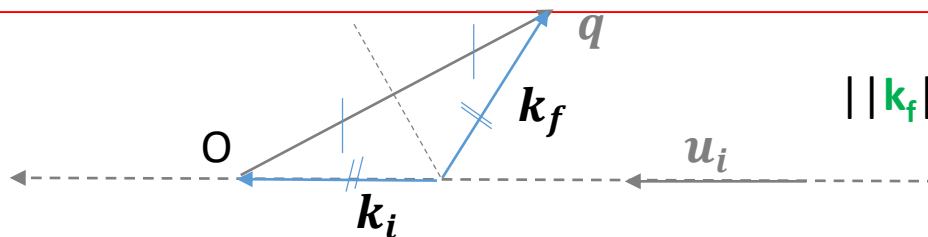
$$R(\mathbf{q}) = 2\pi/\lambda = ||\mathbf{q}|| / (2\sin\theta)$$

$$||\mathbf{q}|| = (2\pi/\lambda) 2\sin\theta$$

$$= E(\text{keV}) 2\pi/12,398 = -\mathbf{q}^2 / (2\mathbf{q} \cdot \mathbf{u}_i)$$

$$\mathbf{k}_f = \mathbf{k}_i + ||\mathbf{q}|| \mathbf{u}_q = \mathbf{k}_i + \mathbf{q}$$

> À partir de \mathbf{q} et la direction \mathbf{u}_i , on détermine facilement les vecteurs d'onde (direction et norme) incident et diffracté à l'aide de la **médiatrice** de \mathbf{q}

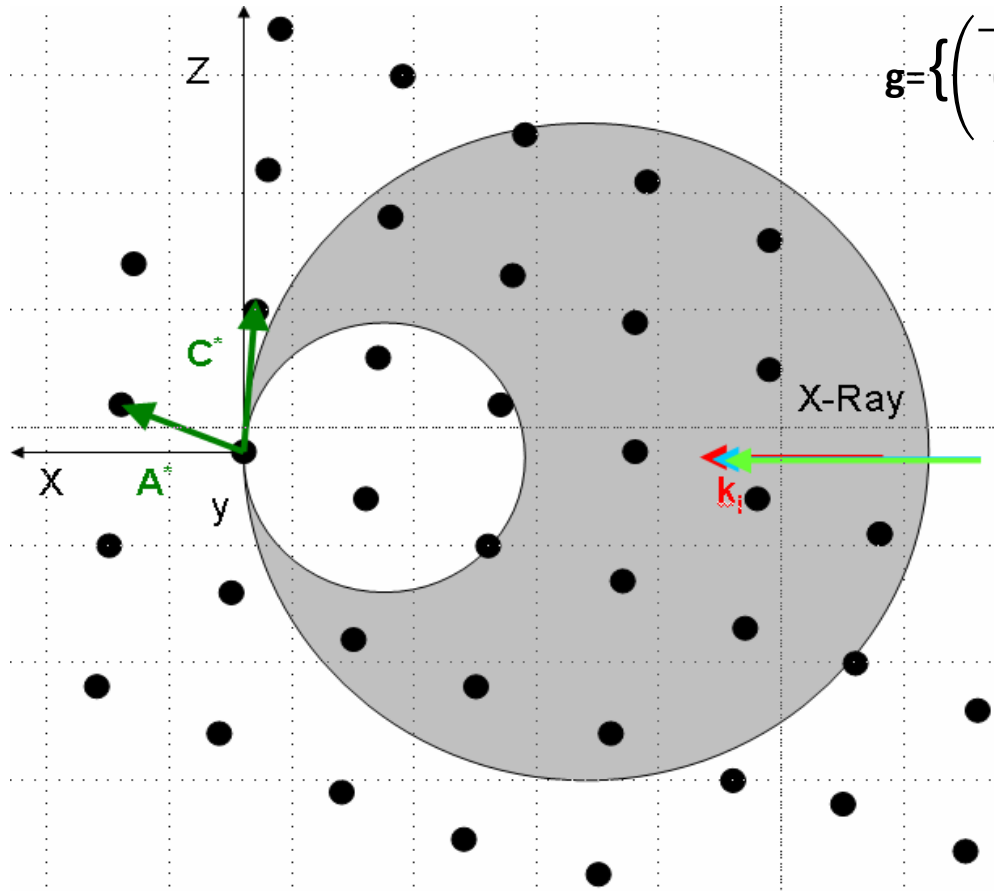


$$||\mathbf{k}_f|| = ||\mathbf{k}_i|| = 2\pi/\lambda = -\mathbf{q}^2 / (2\mathbf{q} \cdot \mathbf{u}_i)$$

1- Guide de survie: Mise en situation

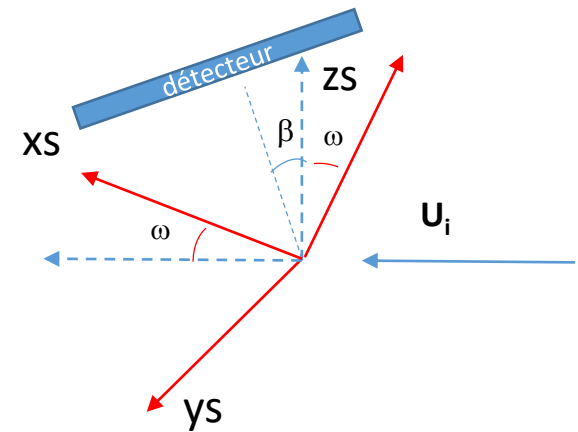
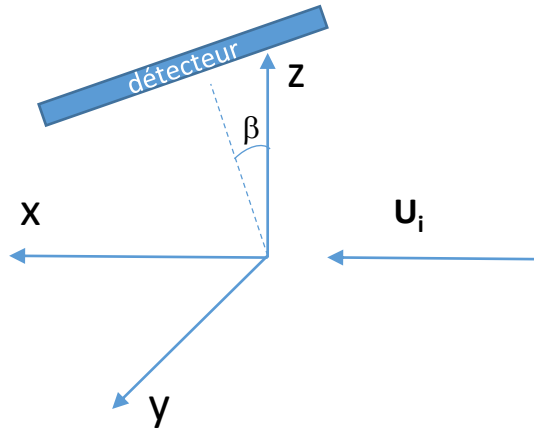
Soit le réseau réciproque d'un cristal orienté par rapport au faisceau incident ($//$ à x). Déterminer la direction \mathbf{k}_f des rayons diffractés par les nœuds \mathbf{g} suivants:

$$\mathbf{g} = \left\{ \begin{pmatrix} -2 \\ 0 \\ 2 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} -4 \\ 0 \\ 2 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} -4 \\ 0 \\ -4 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} -3 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} -2 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} -1 \\ 0 \\ 2 \end{pmatrix} \right\}$$

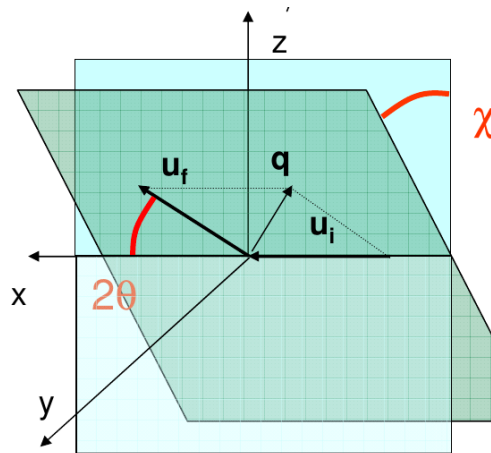


1- Guide de survie: Le minimum de mathématiques

Les répers: LaueTools (i.e. « laboratoire » ou « caméra »), échantillon ($\omega=40^\circ$)



Coordonnées de \mathbf{q} et \mathbf{u}_f en fonction des angles de diffraction ($2\theta, \chi$)



$$\mathbf{q} = 2 \sin \theta \begin{pmatrix} -\sin \theta \\ \cos \theta \sin \chi \\ \cos \theta \cos \chi \end{pmatrix} = 2 \sin \theta \tilde{\mathbf{q}}$$

$$\mathbf{u}_i = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

$$\mathbf{u}_f = \begin{pmatrix} \cos 2\theta \\ \sin 2\theta \sin \chi \\ \sin 2\theta \cos \chi \end{pmatrix}$$

Angle entre deux normales \mathbf{q}_1 et \mathbf{q}_2 associées à deux rayons diffractés \mathbf{u}_{f1} et \mathbf{u}_{f2}

$$\alpha_{1,2} = \cos^{-1}(\mathbf{q}_1, \mathbf{q}_2) = \cos^{-1}(\sin \theta_1 \sin \theta_2 + \cos \theta_1 \cos \theta_2 \cos(\chi_1 - \chi_2))$$

1- Guide de survie: Le minimum de mathématiques

Le réseau réciproque et la loi de bragg

$$\mathbf{a}^* = \mathbf{b} \wedge \mathbf{c} / V_{\text{maille}}$$

$$\mathbf{b}^* = \mathbf{c} \wedge \mathbf{a} / V_{\text{maille}}$$

$$\mathbf{c}^* = \mathbf{a} \wedge \mathbf{b} / V_{\text{maille}}$$

$$\mathbf{G}^* = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*$$

A chaque normale aux plans atomiques (hkl) est associé un nœud hkl d'un réseau réciproque, relié à l'origine par un vecteur \mathbf{G}^* qui s'écrit dans la base $(\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*)$ avec les indices de Miller hkl (Convention de Cristallographie omettant le préfacteur 2π)

La **loi de Bragg** régit la réflexion d'une onde par un réseau de plans atomiques. Elle relie d_{hkl} , la distance interréticulaire des plans (hkl) à l'angle d'incidence déviation θ (la moitié de l'angle de diffraction 2θ) et λ la longueur d'onde des photons. Elle est équivalente à évaluer \mathbf{G}^* et \mathbf{q} à un facteur 2π près :

$$2d\sin\theta = \lambda \quad \Leftrightarrow \quad 2\pi\mathbf{G}^* = \mathbf{q} = \mathbf{k}_f - \mathbf{k}_i \quad \text{et} \quad \|\mathbf{k}_i\| = \|\mathbf{k}_f\|$$

c'est-à-dire $\|\mathbf{q}\| = 2\pi/d$ et $\|\mathbf{G}^*\| = 1/d$

La distance d séparant des plans (hkl) est donnée par la norme de \mathbf{G}^* en $1/\text{\AA}$: $\|\mathbf{G}^*\| = 1/d_{hkl}$

Dans LaueTools, l'unité de \mathbf{G}^* , \mathbf{q} , \mathbf{a}^* , \mathbf{b}^* , \mathbf{c}^* est l' $1/\text{\AA}$, λ et les paramètres de maille a, b, c en \AA .

Pour le calcul de l'énergie correspondant à une tache de diffraction, longueur absolue correcte $2\pi\mathbf{G}^*$ est prise en compte (rad/ \AA).

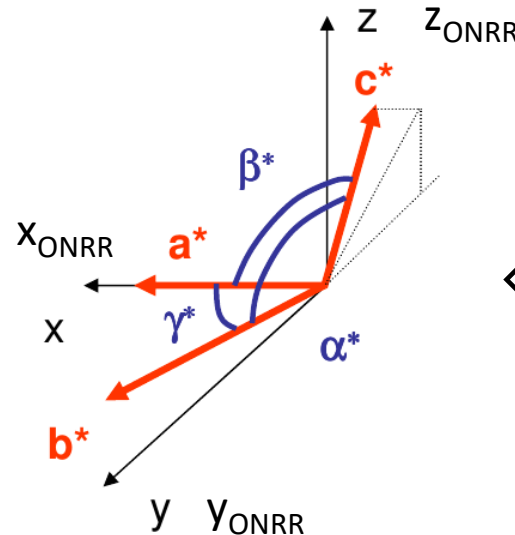
1- Guide de survie: Le minimum de mathématiques

Orientation du trièdre des vecteurs de base du réseau réciproque

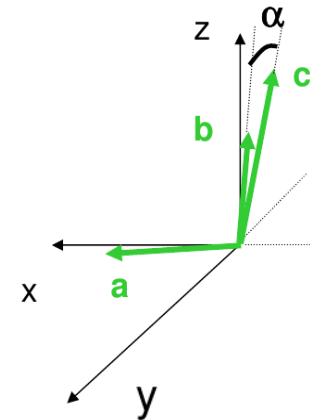
$$B_0 = \begin{pmatrix} a_x^* & b_x^* & c_x^* \\ a_y^* & b_y^* & c_y^* \\ a_z^* & b_z^* & c_z^* \end{pmatrix}$$

$$B_0 = \begin{pmatrix} a^* & b^* \cos \gamma^* & c^* \cos \beta^* \\ 0 & b^* \sin \gamma^* & -c^* \sin \beta^* \cos \alpha \\ 0 & 0 & c^* \sin \beta^* \sin \alpha \end{pmatrix}$$

$$\cos \alpha = \frac{\cos \beta^* \cos \gamma^* - \cos \alpha^*}{\sin \alpha^* \sin \beta^*}$$



Base (a^*, b^*, c^*)
du Réseau Réciproque



Base (a, b, c)
du Réseau Direct (réel)

- Lorsque B_0 est triangulaire supérieure, le repère $(x_{ONRR}, y_{ONRR}, z_{ONRR})$ OrthoNormé associé à la maille du Réseau Réciproque (ONRR) (construit selon un procédé d'orthogonalisation de schmidt) est confondu avec le repère de LaueTools (x, y, z)

1- Guide de survie: mise en situation

$$\mathbf{q} = UB B_0 \mathbf{g}$$

A partir de UB (et B0) on connait les coordonnées de n'importe quelle direction du réseau réciproque dans le repère de LaueTools:

1- Dans quelle direction pointe la normale aux plans (hkl) dans le repère de LaueTools

$$\text{Réponse: } \mathbf{n} = \begin{pmatrix} n_x \\ n_y \\ n_z \end{pmatrix} = (UB)B_0 \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}$$

2- Quels sont les plans (hkl) // surface (dont la normale est perp. à la surface) ?

$$\text{Réponse: } \mathbf{g} = \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} = B_0^{-1} (UB)^{-1} \begin{pmatrix} -\sin \omega \\ 0 \\ \cos \omega \end{pmatrix}$$

1- Notions et Concepts

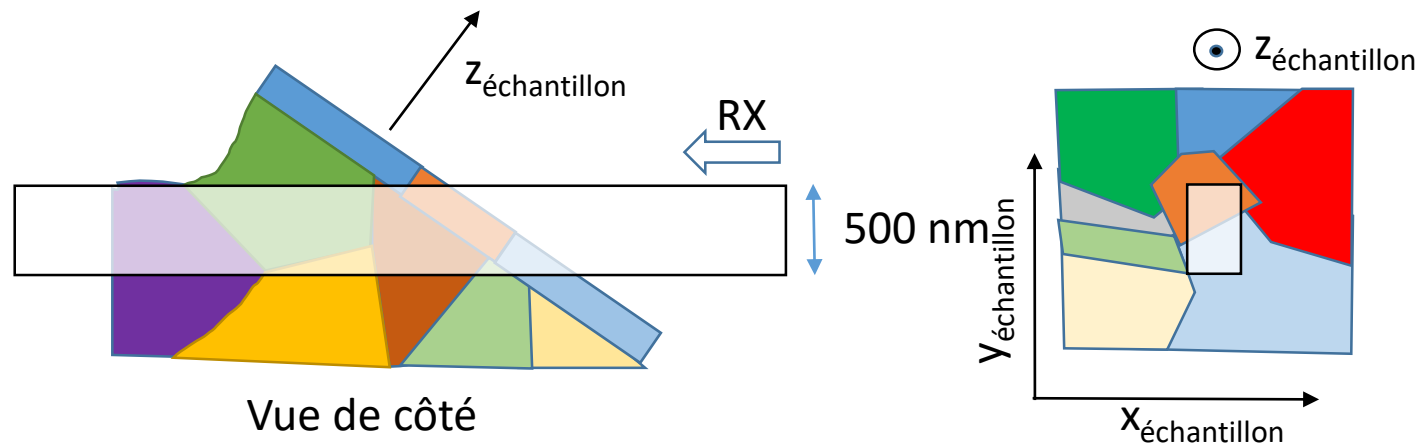


Le diagramme de diffraction Laue est la superposition des diagrammes de Laue de chaque grain rencontré par les rayons X

Le faisceau de rayons X peut illuminer plusieurs grains dans un volume de $0,5 \times 0,5 \mu\text{m}^2$ et de profondeur de plusieurs dizaines de μm .

Les grains peuvent être de tailles différentes et de matériaux différents

Un diagramme de Laue d'un grain (par exemple substrat massif) peut dominer ceux produits par tous les autres grains (en terme d'intensité des taches)



1- Notions et Concepts



L'intensité des taches du diagramme de Laue d'un même grain varie d'une tache à l'autre.

- Le classement des taches de diffraction par intensité décroissante est au cœur de la méthode d'indexation

Modèle d'intensité

$$I(q) \sim I_0(E) V DW | F(2\theta, \chi, h, k, l, E) |^2 F_{\text{lorentz}} F_{\text{polarisation}} \exp(-\mu_{\text{matériau}}(E) L_{\text{matériau}}) \exp(-\mu_{\text{air}}(E) L_{\text{air}}) Q_{\text{dét}}(E)$$

$I_0(E)$: Intensité du faisceau

V : Volume du grain traversé

$DW = \exp(-Bq^2)$ terme de désordre de Debye-Waller

Facteur de structure : $F(2\theta, \chi, h, k, l, E) = \sum f_i \exp(2\pi j (h \cdot x_i + k \cdot y_i + l \cdot z_i))$

$L_{\text{matériau}}$: longueur totale traversée dans le matériau (supposé homogène)

L_{air} : longueur totale du trajet dans l'air

$Q_{\text{dét}}$: efficacité du détecteur



Pour les détecteurs CCD, sCMOS (sans comptage d'événement)

$I(q)$ est dominée par $Q_{\text{dét}} * \exp(-\mu_{\text{air}}(E) L_{\text{air}})$ qui présente un pic d'efficacité vers 10 keV

1- Notions et Concepts



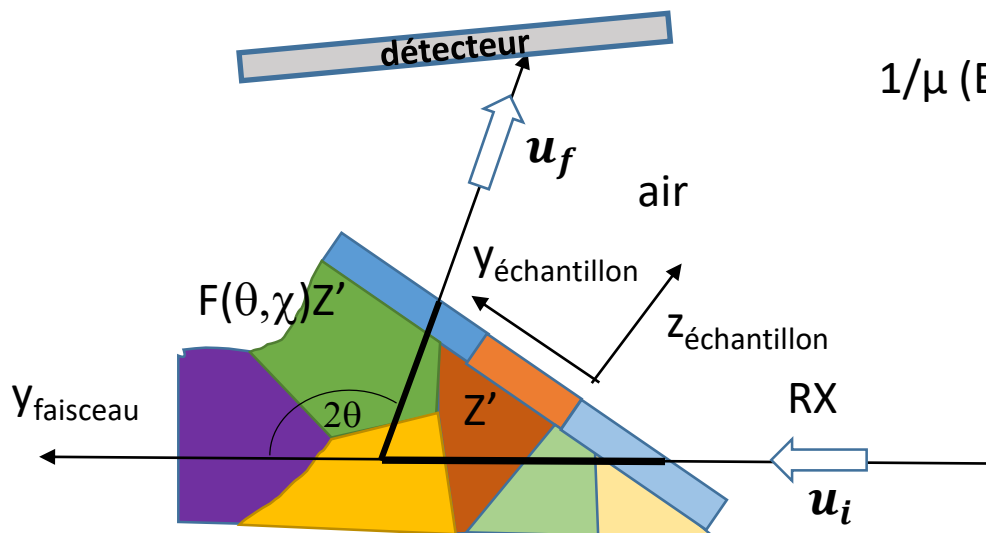
Le spectre en énergie du faisceau incident peut être considéré comme relativement plat entre 5 et 25 keV

Effet d'absorption dans le matériau: $\exp(-\mu_{\text{matériau}}(E) L_{\text{matériau}})$

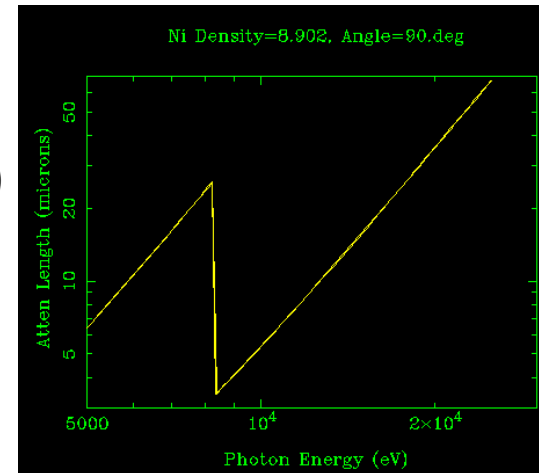
$L_{\text{matériau}} = (1+F(\theta, \chi))z'$ longueur totale traversée dans le matériau (supposé homogène)

Z' : profondeur de la source de diffraction (le long de y_{faisceau})

$1/\mu_{\text{matériau}}(E)$: longueur d'atténuation



$1/\mu(E)$



1- Notions et Concepts



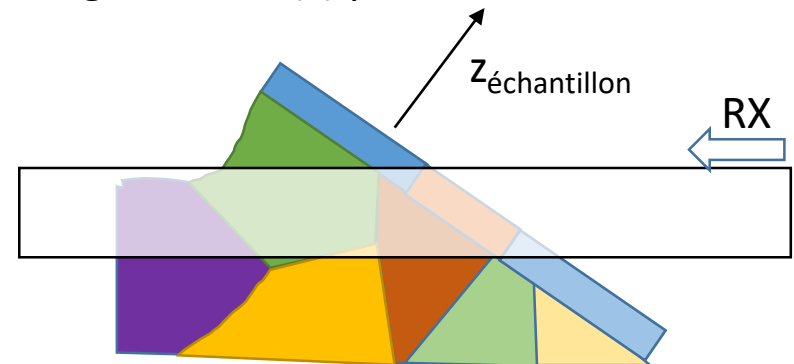
L'intensité des taches du diagramme de Laue varie d'un grain à l'autre.

La **moyenne des intensités des taches** peut refléter la prédominance de la contribution du diagramme d'un cristal au diagramme de Laue total d'une assemblée de cristaux.

$$I(q, E, 2\theta, \chi) \sim V_{\text{traversé}} DW \exp(-\mu_{\text{matériau}} L_{\text{matériau}})$$

L'intensité de(s) tache(s) est(sont) significativement gouvernée(s) par le volume traversé dans le grain, d'autant plus qu'il est:

- en surface
- grand
- absent de désordre cristallin



Pour E faible: les grains de surface sont privilégiés
Pour E grand: les gros grains sont privilégiés

- L'indexation d'un diagramme de Laue mesuré sur un polycristal, qui considère en priorité les taches de diffraction intense, favorise les grains de grandes tailles et/ou en surface et/ou avec peu de désordre.

1- Notions et Concepts: taches de Laue. Nombre



Le nombre de taches d'un diagramme de Laue d'un grain, pour une position de détecteur donnée, dépend :

- Matériau: dimension de la maille a,b,c; extinctions
- Energie maximale (voir plus loin)

Conditions favorables à des mesures précises de déformation/orientation
Mesure précise de $2\theta, \chi$ (calibration, pixel petit, et/ou caméra éloignée)

- N_{taches}
- 2θ grand (résolution relative sur la déformation $\sim \Delta\varepsilon/\varepsilon = \Delta\theta/\theta \cotan\theta$)
- Des taches bien réparties sur le détecteur

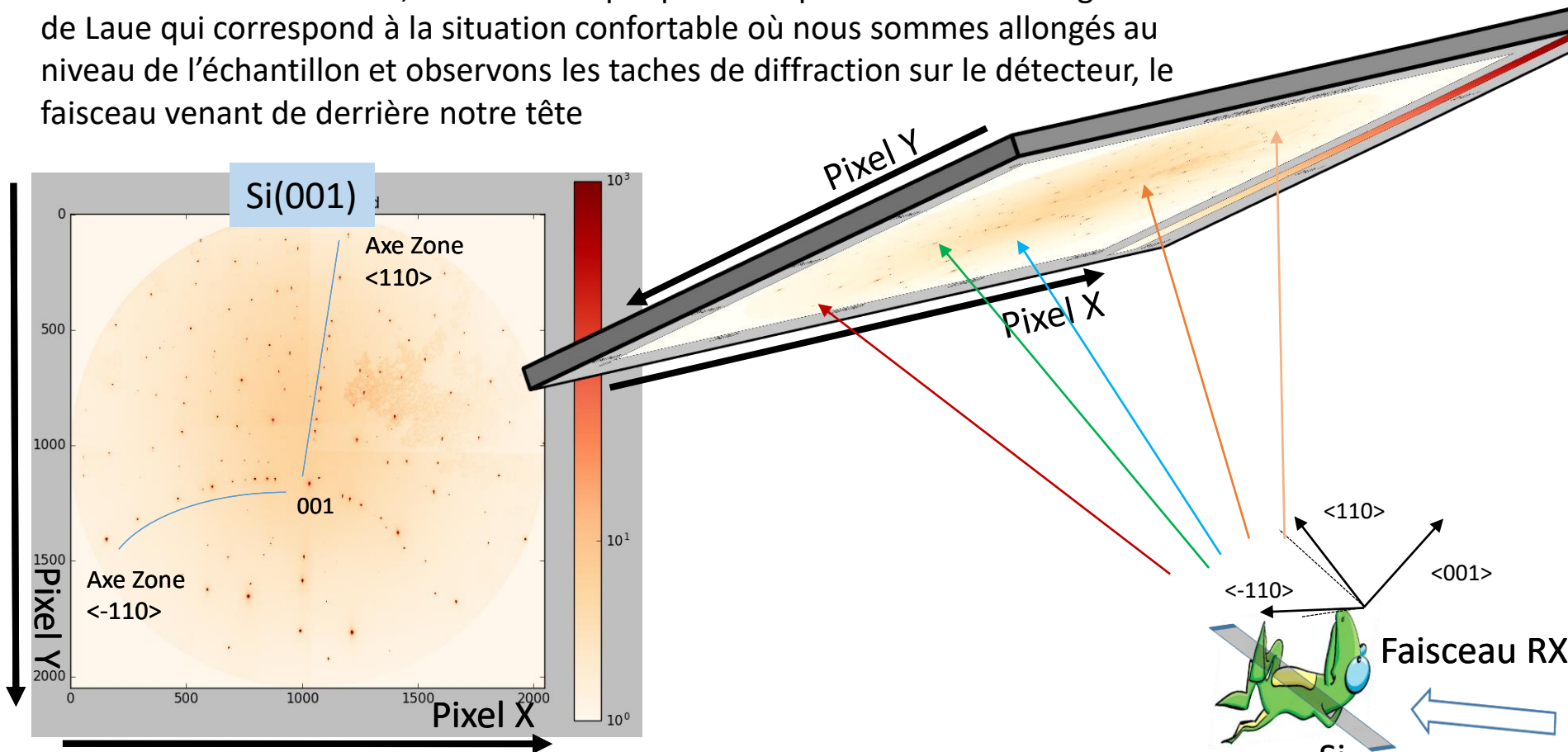
2θ moyen (°)	0	90	180
Mode - géométrie	transmission	Réflexion (reflection)	Rétrodiffusion (backreflection)
N_{taches}	faible	modéré	grand

1- Notions et Concepts: visualisation du diagramme de Laue

VI

La lecture et l'affichage du tableau des données $I[i,j]$ varie d'un logiciel à l'autre. Une mauvaise orientation de $I[i,j]$ par rapport au faisceau X fausse l'analyse de donnée.

Sur BM32 avec LaueTools, nous avons opté pour la représentation du diagramme de Laue qui correspond à la situation confortable où nous sommes allongés au niveau de l'échantillon et observons les taches de diffraction sur le détecteur, le faisceau venant de derrière notre tête



1- Notions et Concepts: coordonnées (X,Y) et (2θ,χ)

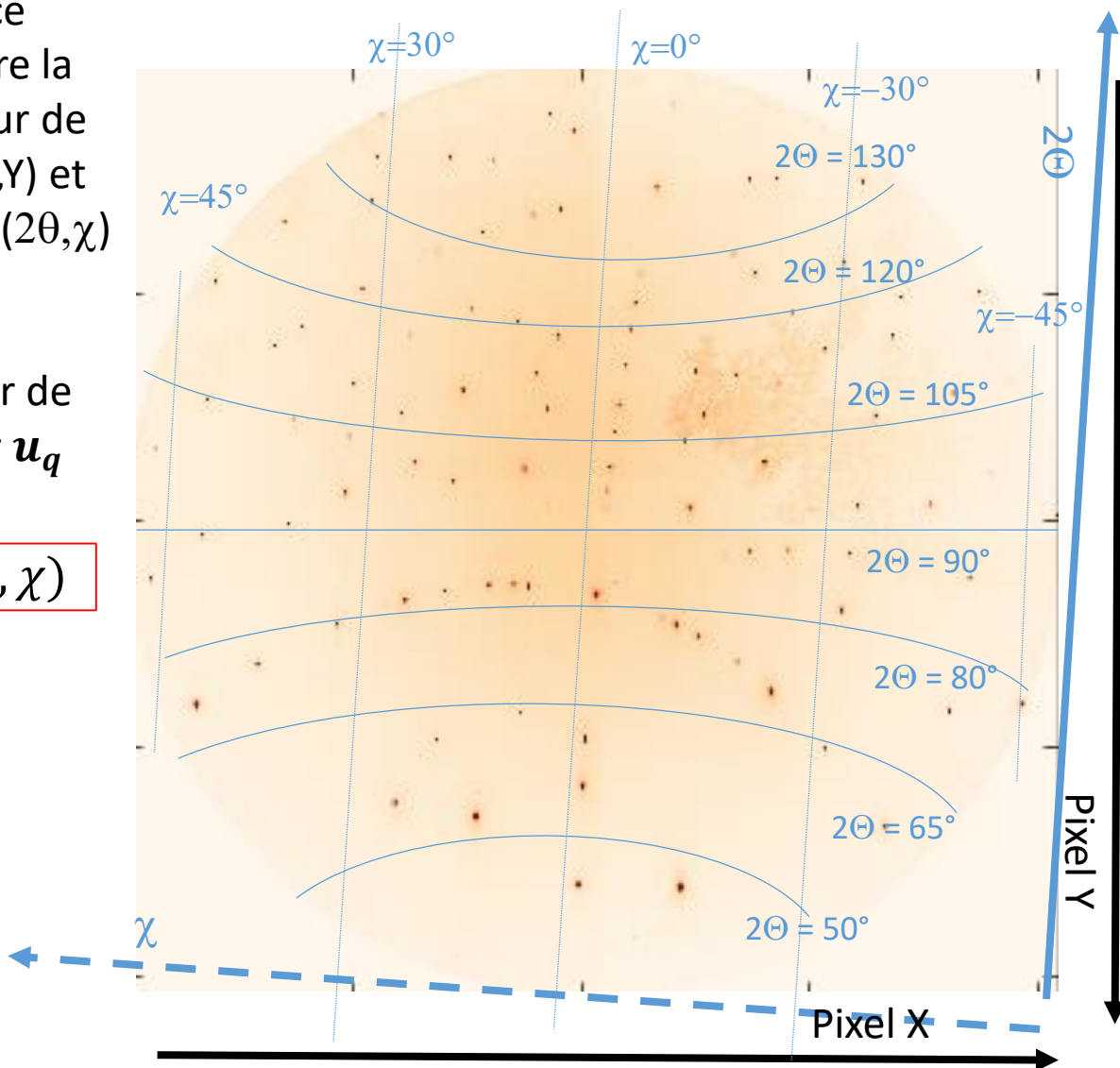
VII

Il y a une correspondance univoque (*bijection*) entre la position \mathbf{r} sur le détecteur de coordonnées en pixel (X,Y) et les angles de diffraction (2θ,χ) définissant le faisceau diffracté $\mathbf{k}_f = 2\pi/\lambda \mathbf{u}_f$ et la direction du vecteur de diffraction \mathbf{q} donnée par \mathbf{u}_q

$$\mathbf{r}(X, Y) \leftrightarrow \mathbf{u}_f(2\theta, \chi) \leftrightarrow \mathbf{u}_q(\theta, \chi)$$

$$\mathbf{u}_f = \begin{pmatrix} \cos 2\theta \\ \sin 2\theta \sin \chi \\ \sin 2\theta \cos \chi \end{pmatrix}$$

$$\mathbf{q} = 2 \sin \theta \begin{pmatrix} -\sin \theta \\ \cos \theta \sin \chi \\ \cos \theta \cos \chi \end{pmatrix}$$



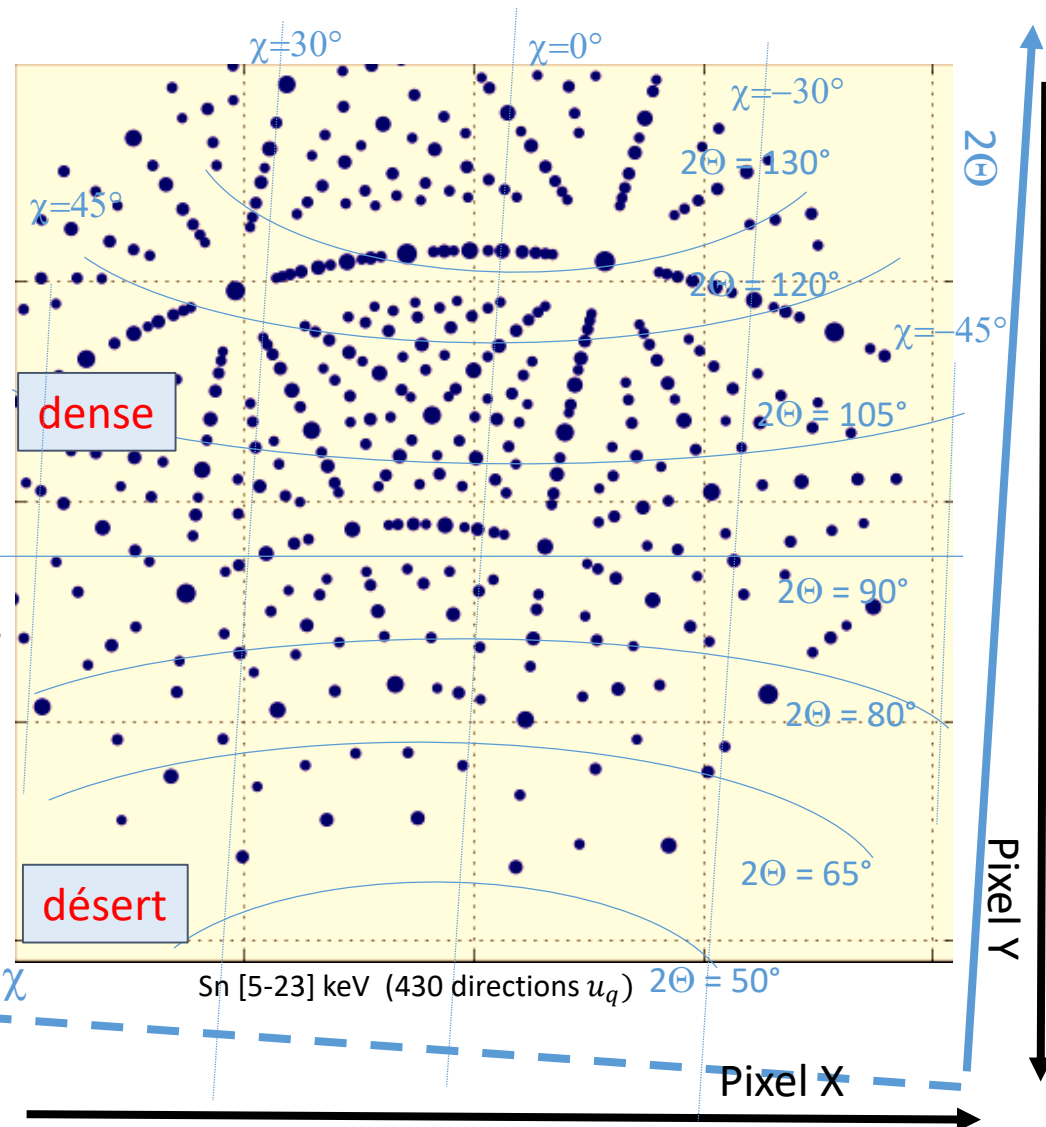
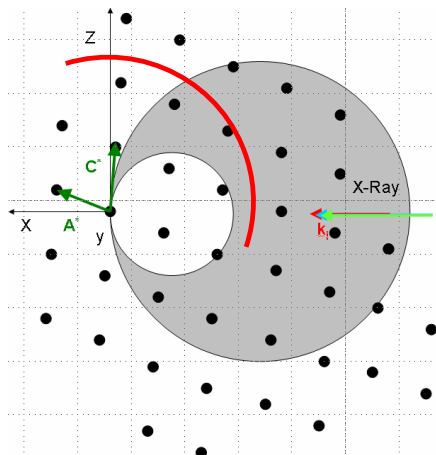
1- Notions et Concepts: densité de taches de Laue

VIII

La densité moyenne des taches de Laue (nombre de tache par unité de surface détecteur), en raison de la bande spectrale limitée (5-25 keV), augmente avec l'angle de diffraction 2θ .



- Aux petits 2θ , il y a une grande probabilité de présence de taches de faibles indices de Miller (hkl) (nœuds proches de l'origine) utiles pour l'indexation.



1- Notions et Concepts: axes de zones - gnomonie



Le diagramme de Laue d'un grain comporte des taches situées sur des lignes: les axes de zones (lignes dans un plan gnomonique!)

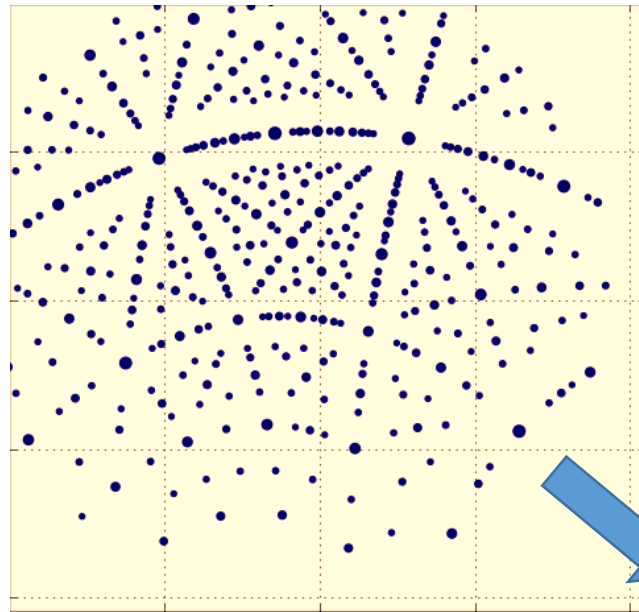
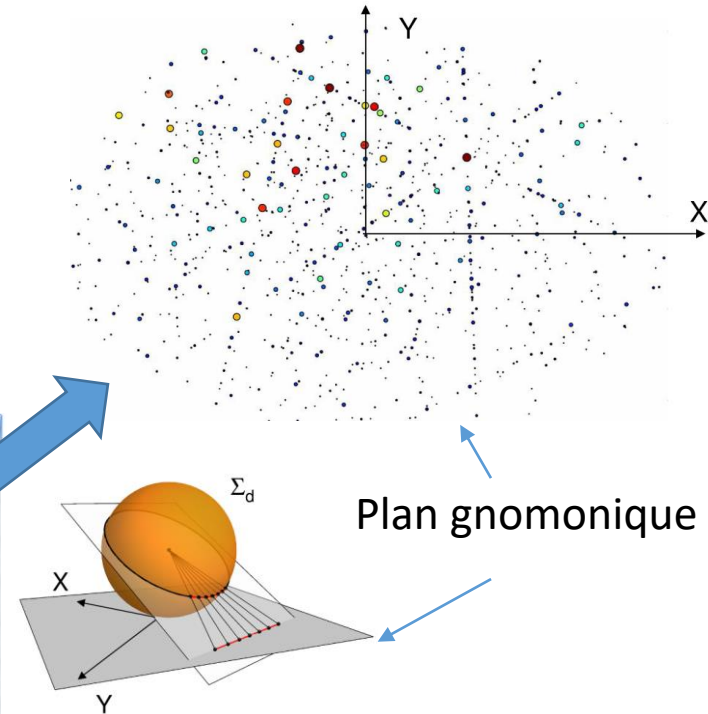
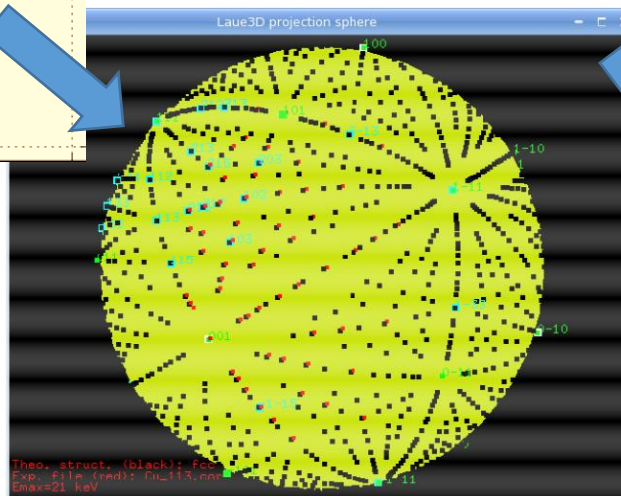


Diagramme de Laue

Sphère des directions
 Σ_d



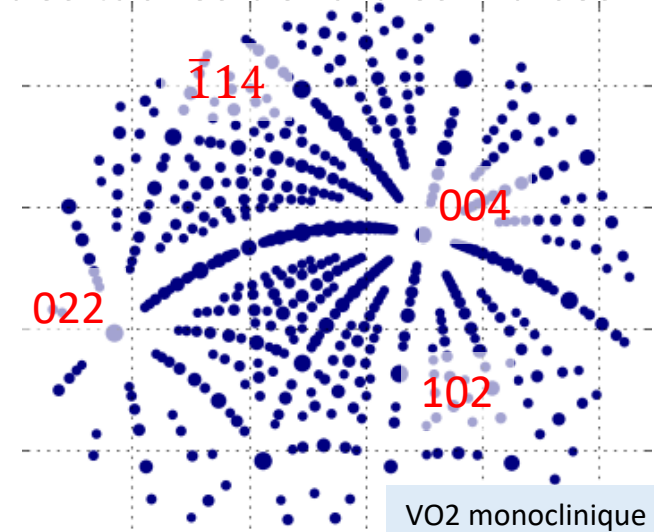
Plan gnomonique

1- Notions et Concepts: axes de zones

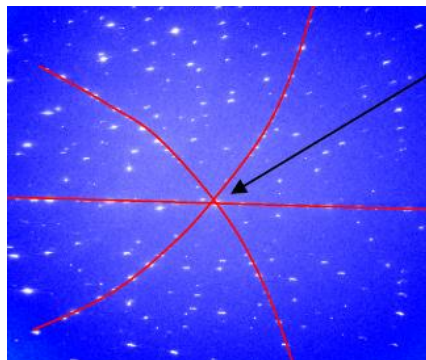
IX

Le diagramme de Laue d'un grain comporte des taches de faibles indices (hkl) à l'intersection d'axes de zones denses

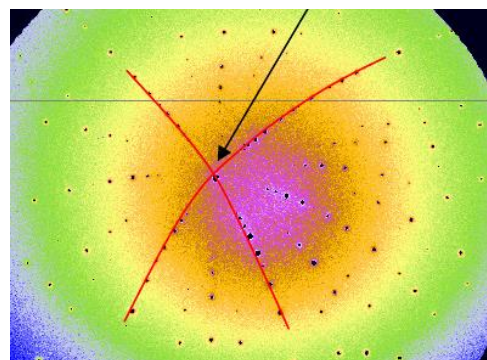
- A proximité des axes de zones denses (faible indice uvw), il y a un *désert* de taches de Laue.
- Ces régions désertiques se peuplent en augmentant E_{\max}



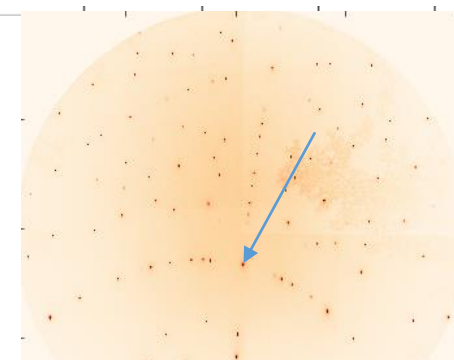
Reconnaissance de symétries par les axes zones autour de taches de faibles indices



UO₂ (111) Symétrie 3



Si (100) Symétrie 4



Si (110) Symétrie 2

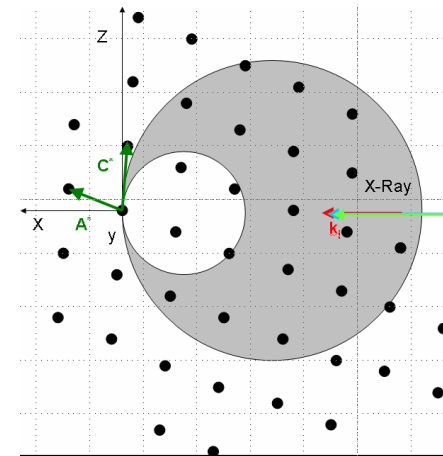
1- Notions et Concepts: Energie des taches



L'énergie (E en keV) ou la longueur d'onde (λ en \AA) associée des photons diffracté par les plans (hkl) varie d'une tache à l'autre.

Elle est nécessairement comprise dans la bande passante [E_{\min}, E_{\max}].
Actuellement sur BM32 entre 5 et 23 keV

C'est la faute à la loi de Bragg
et des sphères d'Ewald



Un tache de Laue peut en cacher d'autres! Puisque une position \mathbf{r} sur le détecteur correspond à une *direction* du réseau réciproque

La tache *fondamentale* (hkl) et ses *harmoniques* , $(2h, 2k, 2l)$, ..., (nh, hk, nl) d'énergie respective $E, 2E, \dots, nE$ se confondent sur le diagramme de Laue

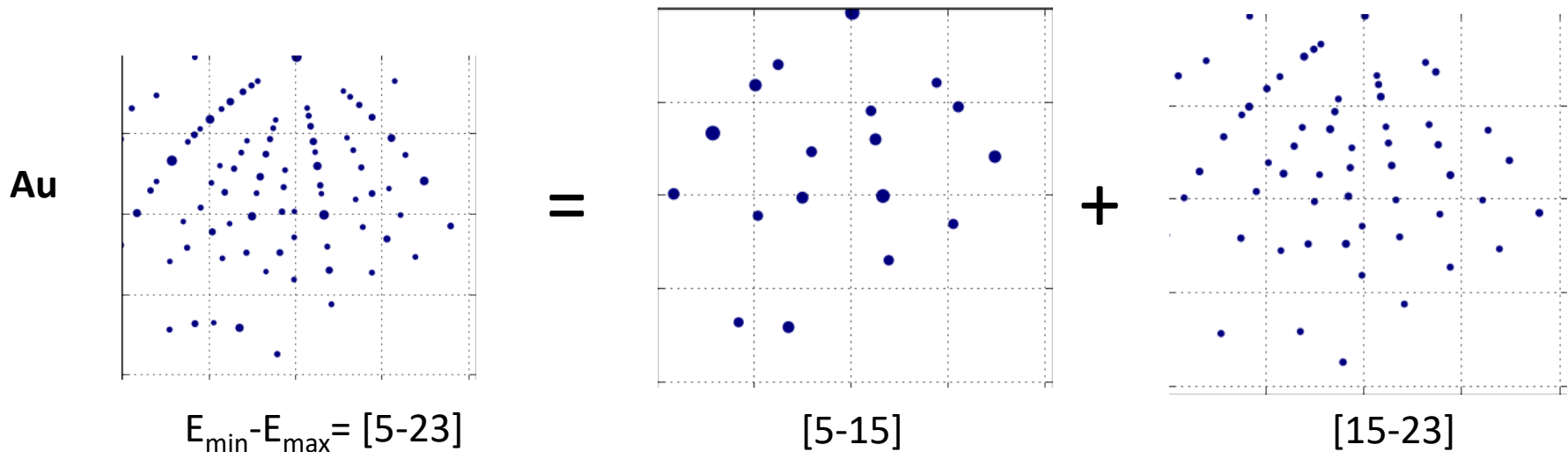
1- Notions et Concepts: le nombre de taches



La plupart des taches de faibles indices (hkl) *caractéristiques* d'un diagramme de Laue ont leur énergie comprise dans une bande spectrale réduite



Les nombreuses taches de Laue avec $E \sim [18-23]$ keV et (hkl) les plus élevés apportent une information redondantes à celle donnée par un petit nombre de taches $E \sim [5-18]$ keV et (hkl) les plus faibles



- Pour l'indexation, on pourra utiliser sans perte d'information des diagrammes simulés avec $E_{\max} < 23$ keV.
- Ensuite, pour l'ajustement de données le modèle simulera des taches jusqu'à 23 keV.

1- Notions et Concepts: Positions des taches. Propriétés



La position \mathbf{r}_i des taches de diffraction et les distances mutuelles ($\mathbf{r}_{ij} = \mathbf{r}_i - \mathbf{r}_j$) sur le détecteur change avec l'orientation et/ou la déformation du cristal.

De même, les angles de diffraction $(2\theta, \chi)_i$ correspondant aux réflexions sur les plans $(hkl)_i$ de normales \mathbf{q}_i , changent avec l'orientation et/ou la déformation du cristal.

En revanche:



- les angles α_{ij} entre normales aux plans $(hkl)_i$ et $(hkl)_j$ restent constants quel que soit l'orientation (donnée par la matrice d'orientation UB).

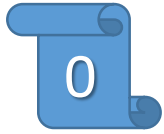
➤ Cette propriété est utilisée pour l'indexation d'un diagramme de Laue



- les angles α_{ij} entre normales varient de manière *univoque* en fonction avec la déformation de la maille cristalline.

➤ Cette propriété permet de remonter aux paramètres de maille ou à l'état de déformation du cristal (par une méthode d'ajustement)

1- Avant de démarrer l'analyse



Connaître au mieux ce que l'on a mesuré, notamment le(s) matériau(x):

- structure cristallographique (la plus approchée)
- taille du (des) grain(s)
- niveau de désordre



Cahier d'expériences: échantillon, indice du scan et des images, date et heures...



Infos écrites dans les en-tête des images sont encore partielles ou peu explicites

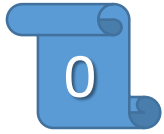


A l'avenir de nouveaux formats de fichier à l'ESRF (hdf5, nexus,...):

- données = image
- métadonnées = descriptions pertinentes contextuelles de l'image

La reconnaissance d'une structure inconnue parmi un ensemble limité de solutions est moins rapide. Celle sans aucune information préalable peut être très longue (d'autant plus longue pour les mailles à faible symétrie)

1- Avant de démarrer l'analyse



Combien d'images de diffraction (N) ont été mesurées?

$N = 1 \Rightarrow$ analyse manuelle avec les interfaces graphiques (GUI)

$1 < N < N_{\text{raisonnable}} \Rightarrow$ analyse manuelle

$N > N_{\text{raisonnable}} \Rightarrow$ analyse manuelle pour paramétrer l'analyse en série

Pourquoi les a-t-on mesurée?

- Pour être sûr de mesurer quelque chose en aveugle?
- Pour les analyser toutes car les diagrammes de diffraction varie très peu d'une image à l'autre.

De combien de temps je dispose ?



- Toutes les images n'ont pas toute la même importance



- Identifier les images représentatives et de qualité

Analyse de diagrammes de diffraction Laue

1- Notions et concepts

2- L'analyse par étapes

3- La suite logicielle LaueTools

2- L'analyse par étapes

L'analyse **standard** d'une image permet de remonter à **l'orientation** et à la **structure cristalline** (\neq structure atomique) d'un ou plusieurs cristaux présents dans le volume sondé. Cette analyse répétée sur un ensemble d'images permet d'étudier la microstructure.

L'analyse d'images de microdiffraction Laue nécessite:

1 – Recherche de pics

(image_binaire.mccd \rightarrow liste positions $r(X, Y)$ (pixel) des taches sur le détecteur: *Fichier.dat*)

2 – Indexation

(liste de taches: X, Y , angles diffraction $2\theta, \chi$: *Fichier.cor*)

\rightarrow liste taches indexées (hkl) et orientation *approchée* cristal: *Fichier.fit*

2b- Calibration

Détermination de la correspondance entre $(X, Y) \leftrightarrow (2\theta, \chi)$: *Experience.det*

3- Ajustement de modèle structurale

liste taches indexées (hkl) \rightarrow orientation et déformation *précises* du cristal: *Fichier.fit*



Il est aussi fréquent d'avoir besoin de faire:

- des aller-retours entre ces étapes
- de la simulation du diagramme d'une assemblée modèle de cristaux

2- L'analyse par étapes : Recherche de pics

But de la recherche de pics: déterminer la position $r(X,Y)$ sur le détecteur des taches de Laue (leur « centre »).



Ces positions pourront être converties en angles de diffraction $(2\theta, \chi)$ qui seuls peuvent être exploités pour l'indexation et le raffinement des paramètres structuraux de la maille.



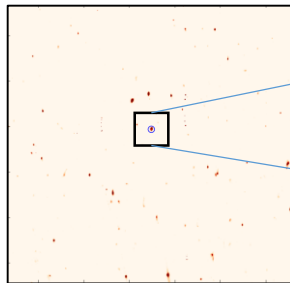
La précision sur la mesure du « centre » des taches de diffraction conditionne directement la résolution angulaire et donc celle des grandeurs microstructurales qui en dépendent.

Principe en 2 étapes:

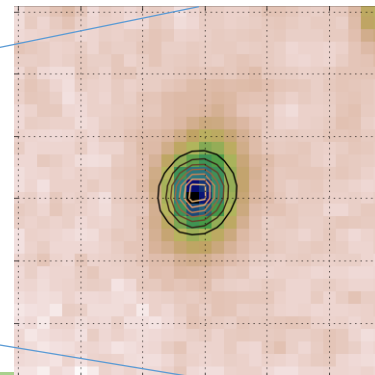
1- Algorithme simple de seuillage: **localisation** rapide, grossière (X,Y entiers) et exhaustive de régions de **pixels** (*blobs*) localement plus **chauds** que leurs voisins (*local maxima*)

2- **Ajustement** par un modèle de tache 2D du tableau d'intensité centré sur le centre des blobs (*Peak fitting*)

1-



2-



2- L'analyse par étapes : Recherche de pics

A ces deux principales étapes, on recourt fréquemment à deux autres étapes (0) et (3):

0- Soustraction du signal de fond (*background*) global

- fond diffus de photons X de fluorescence
- signal de diffraction important sans valeur (ex. substrat)

1- Algorithme simple de seuillage: **localisation** rapide, grossière (X,Y entiers) et exhaustive de régions de **pixels** (*blobs*) localement plus **chauds** que leurs voisins (*local maxima*)

2- **Ajustement** par un modèle de tache 2D du tableau d'intensité autour des pixels chauds (*Peak fitting*)

3- Sélection/Réjection des pics trouvés en fonction de:

- intensité et ou taille
- écart par rapport à la position initiale estimée par celle du pixel chaud
- distances mutuelles entre pics
- présence sur une liste noire de pics non désirées (*blacklist*)

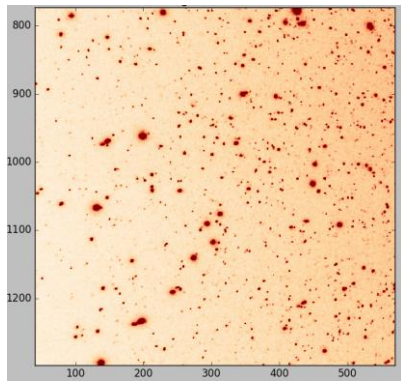
2- L'analyse par étapes : Recherche de pics.1.seuillage

1- **Positions approchées** des taches diffraction par un algorithme de filtrage basé sur un **seuillage** (*Threshold*) du tableau 2D d'intensité $I_{brute}[i,j]$ de l'image.

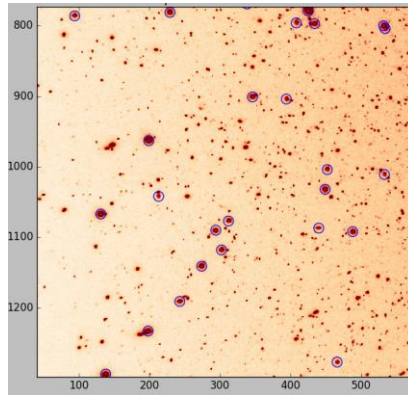
$$I_{filtrée}[i,j] = 1 \text{ si } I_{brute}[i,j] > I_{brute_min} \\ = 0 \text{ sinon}$$

Puis **recherche de maxima locaux**:

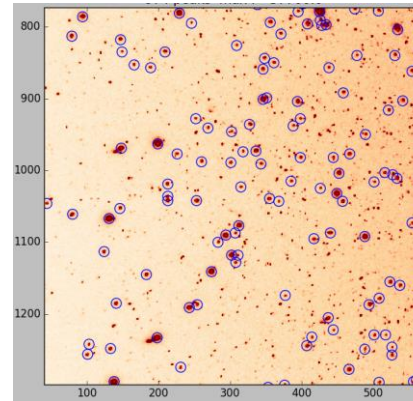
1 maximum local = centre d'un ensemble de pixels de $I_{filtrée}$ *connectés* entre eux (appelé *blob*)



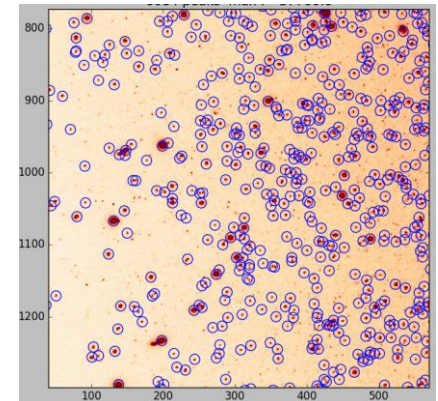
I_{brute}



$I_{brute_min} = 5000$



$I_{brute_min} = 1000$



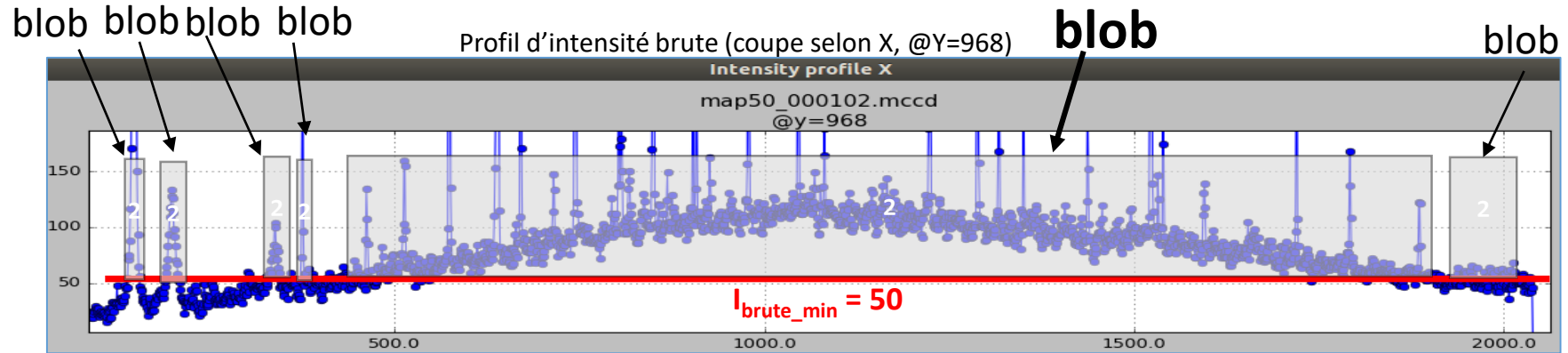
$I_{brute_min} = 200$

⇒ Rapide et simple à mettre en œuvre

⇒ plus le seuil est bas plus on obtient de *blobs*!

2- L'analyse par étapes : Recherche de pics.0.Soustraction du Fond

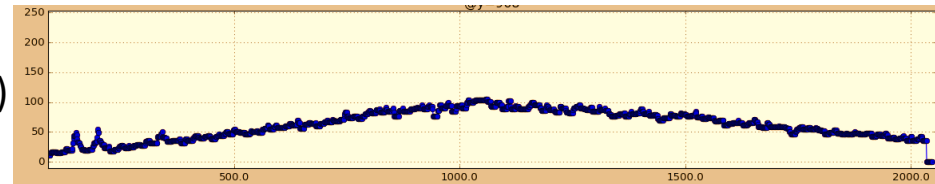
Mais: si I_{brute_min} descendu trop bas $\rightarrow N_{blobs}$ diminue et tend rapidement vers 1!



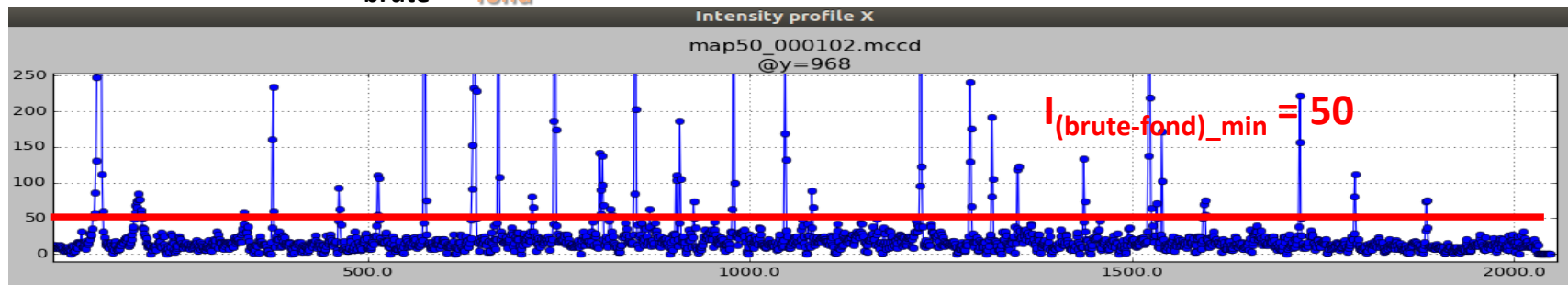
➤ Besoin de soustraire le signal de fond diffus (*background*) global

Filtre minimum rapide $\rightarrow I_{fond}$:

$$I_{fond}[i,j] = \text{Min}(I_{brute}, \{\text{carré } 11 \times 11 \text{ pixels autour de } [i,j]\})$$



Profil d'intensité $I_{brute} - I_{fond}$



2- L'analyse par étapes : Recherche de pics.0.Soustraction image

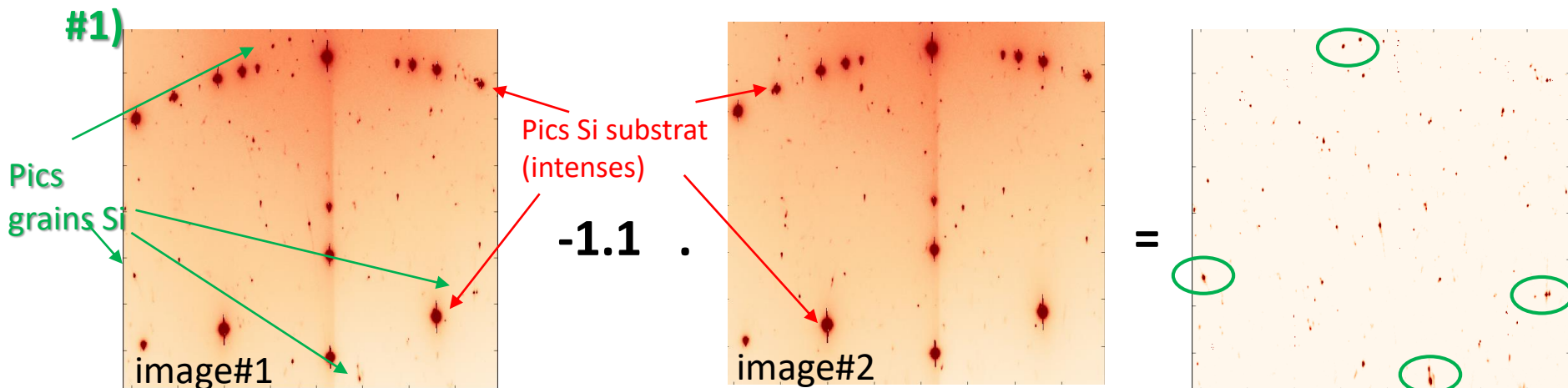
L'image brute contient la superposition (mathématiquement \sim combinaison linéaire) de plusieurs diagramme de Laue (et du fond diffus):

$$I_{\text{brute}} = I_{\text{utile}} + I_{\text{substrat}} (+ I_{\text{diffus}})$$

Si I_{substrat} prédomine la liste de pics (classés par intensité) sera majoritairement composée de pics inutiles qui peuvent ralentir l'analyse ultérieure.

Pour isoler (mettre en exergue) le signal utile I_{utile} de I_{brute} et en tirer les pics de Laue correspondant, on peut faire un peu d'**arithmétique** simple avec les images suivie d'un **écrêtage à zéro** (c-à-d $I_{\text{final}}=0$ si $I_{\text{initial}}<0$).

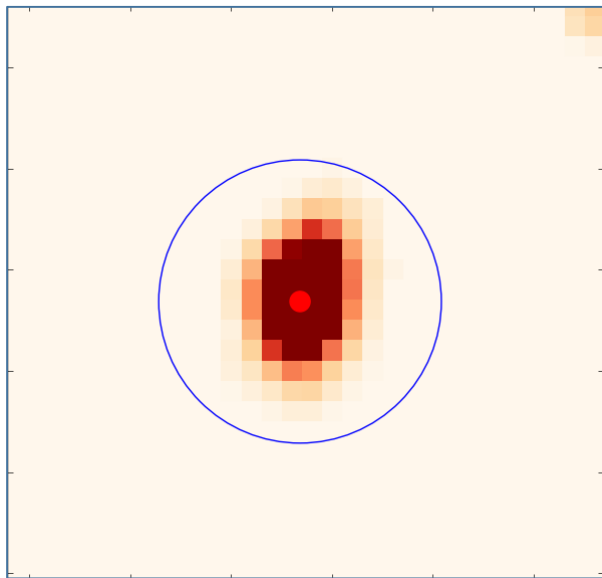
$$I_{\text{brute}}(\text{Grains \#1 + substrat}) - \alpha \cdot I_{\text{brute}}(\text{Grains \#2 + substrat}) = I(\text{Grains})$$



2- L'analyse par étapes : Recherche de pics. 2. Ajustement 2D

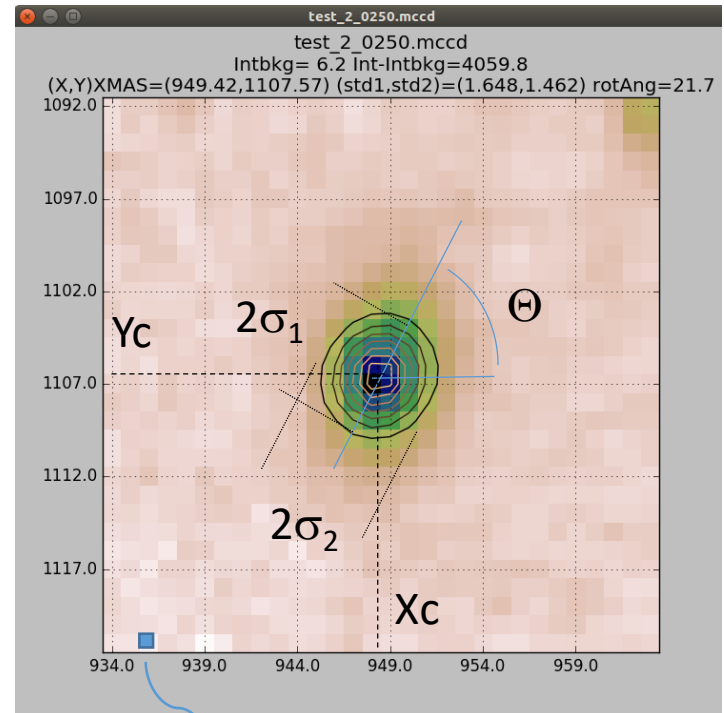
But: Centre du Blob → « centre » **précis** de la tache de diffraction

Un tableau donnée centré sur le centre du blob est ajusté par **moindre carrés** par une **fonction 2D** en forme d'ellipse (axe majeur, axe mineur) orientable. L'intensité peut varier selon une gaussienne ou lorentzienne le long des axes principaux. La ligne de base constante est ajustable.



Les paramètres ajustés sont:

$$p=[X_c, Y_c, \sigma_1, \sigma_2, \Theta, \text{Amplitude}, \text{Base}]$$



$$\text{Base} = \min(I_{\text{boîte}}[i,j])$$

2- L'analyse par étapes : Recherche de pics.3.Sélection & Réjection

But de la réjection: Conserver automatiquement les pics utiles à l'analyse ultérieure selon des critères basés sur les résultats de l'ajustement la tache diffraction.

Le rejet d'une tache ajustée peut être effectué au besoin si :

- son amplitude est en dessous d'un certain niveau.

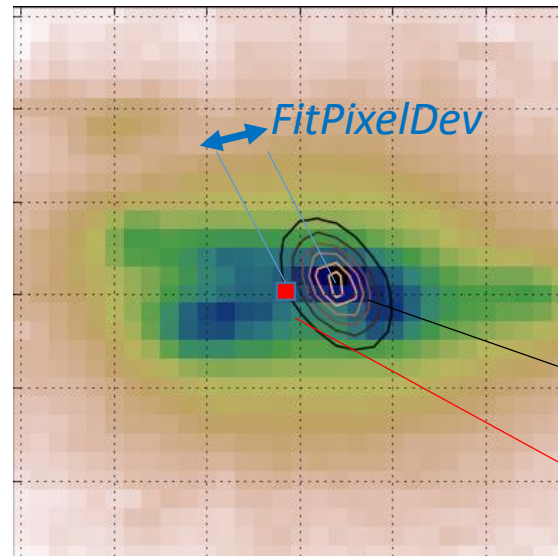
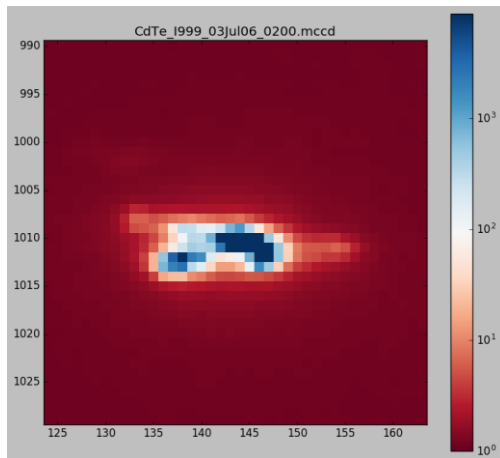
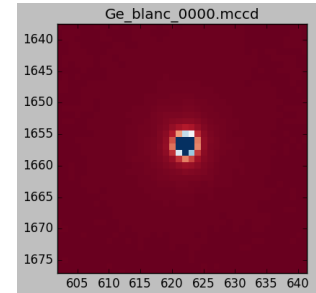
Mesurée par: I_{\max} – niveau du fond local

- sa taille et la déviation à la forme circularité dépassent un certain seuil.

Mesurées par les largeurs de la fonction 2D (écart-type)

- Sa difformité et ses dimensions sont trop importantes.

Détectées par l'écart de position entre le centre prédit (*blob*) et le centre ajusté (*FitPixelDev*)



Centre ajusté

Centre du blob

2- L'analyse par étapes : Recherche de pics.Fichier sortie

Liste de pics dans image####.dat : colonnes X,Y, I, etc...

	peak_X	peak_Y	peak_I	peak_Isub	peak_fwaxmaj	peak_fwaxmin	peak_inclination	Xdev	Ydev	peak_bkg	Ipixmax
1	1026.37	1293.04	93266.08	92961.70	0.87	0.68	359.960	0.37	-0.96	304.39	500
2	1378.58	1553.34	52153.67	51933.84	0.82	0.85	195.680	0.58	0.34	219.83	500
3	1287.98	1459.61	23024.40	22818.57	0.67	0.64	347.570	-0.02	-0.39	205.82	500
4	595.30	875.75	19173.44	18958.39	0.76	0.86	188.680	0.30	-0.25	215.06	500
5	925.71	872.05	18873.90	18594.34	0.66	0.68	351.100	-0.29	0.05	279.55	500
6	1183.11	598.63	17336.69	17122.73	0.75	0.82	284.620	0.11	-0.37	213.96	500
7	625.59	1661.27	16268.48	16143.03	0.86	0.71	236.990	-0.41	0.27	125.45	500
8	856.03	1702.24	15617.81	15486.20	0.83	0.82	214.140	0.03	0.24	131.61	500
9	1671.83	1257.77	13476.50	13322.30	0.89	0.93	9.460	-0.17			
10	1496.81	1223.82	13404.06	13206.21	0.86	0.88	276.150	-0.19			
11	119.32	1409.99	12885.40	12749.78	1.03	1.01	44.000	0.32			
12	788.08	1241.71	11828.55	11584.58	0.61	0.64	336.390	0.08	0.29	243.98	500

monGermanium.dat:



Pour l'**ajustement fiables des paramètres cristallins**, les taches doivent être circulaires (à la limite légèrement elliptique) et intenses.



Pour l'**indexation**: il n'y a pas en pratique de limitations. Tous les pics sont bons à prendre. Bien entendu, plus les taches seront faibles et/ou étalées, plus fastidieuse pourra-t-être l'indexation (angles de tolérance plus grand cf. indexation)



Il est possible de définir ses propres critères de rejection, ou de refaire une recherche de pics plus approfondie si la réjection est trop importante.

2- L'analyse par étapes : 2. Indexation

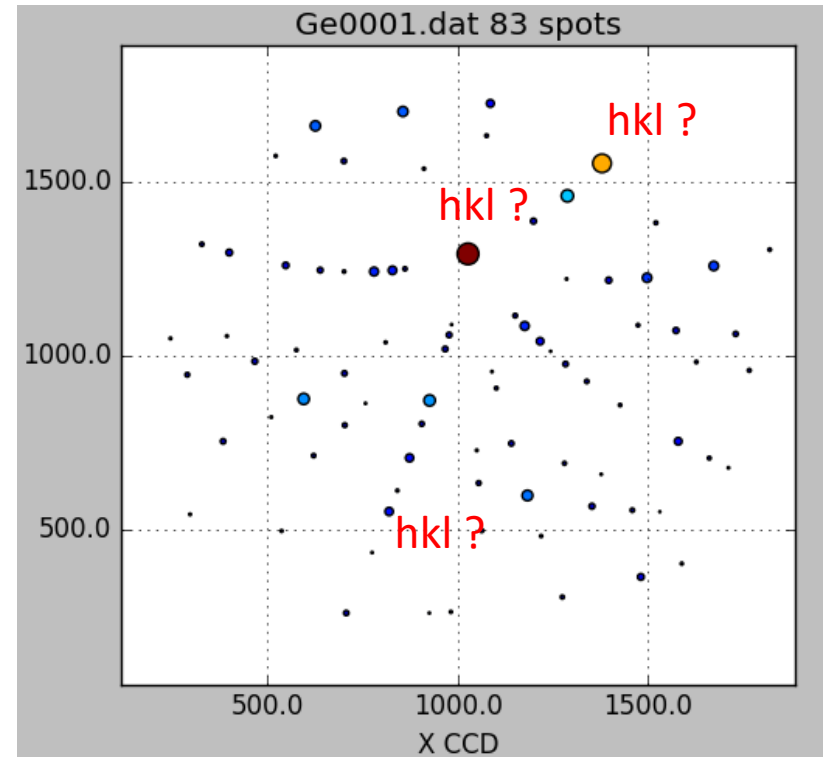
But: Déterminer les indices de Miller hkl de toutes les taches et l'orientation du cristal.

Méthode standard d'indexation d'un cristal:
Reconnaissance de la séparation angulaire entre 2 taches de Laue

- La plus ancienne
- La plus systématique et robuste (pour peu qu'on y passe le temps nécessaire...)
- Il existe d'autres méthodes (template matching, oscillations...)

Pour l'indexation d'1 image composée de N diagrammes de Laue superposés, on enchaîne successivement l'indexation de chaque diagramme

Structure et orientation de ce cristal?



Pour l'indexation de M images composées de $N(M)$ diagrammes de Laue superposés, on enchaîne successivement l'analyse de chacune des images en permettant éventuellement l'utilisation des résultats obtenus antérieurs.

2- L'analyse par étapes : Indexation.Principes

Savez reconnaître le pays où deux villes majeures sont séparées à vol d'oiseau d'environ 700 km?

- > établir un distancier D_{pays} des villes de tous les pays
- > définir les villes V_k (considérées comme majeures) constituant D_{pays}
- > accepter une tolérance α_{max} sur la distance à reconnaître dans D_{pays}

D_{France}

	Paris	Marseille	Lyon	Toulouse	Nice	Nantes	Strasbourg
Paris	0						
Marseille	661	0					
Lyon	392	278	0				
Toulouse	589	319	360	0			
Nice	686	160	298	469	0		
Nantes	343	696	516	465	791	0	
Strasbourg	398	616	383	736	543	710	0



2- L'analyse par étapes : Indexation.Principes

Savez reconnaître le pays où deux villes majeures sont séparées à vol d'oiseau d'environ 700 km?

Réponse(s) en France:

À 39 km près: {Paris, Marseille}

À 14 km près: {Paris, Nice}

À 4 km près: {Marseille, Nantes}

... A 10 km près, en sondant jusqu'à la 7^{ème} ville majeure:
{Marseille, Nantes} et {Nantes, Strasbourg}

D_{France}

	Paris	Marseille	Lyon	Toulouse	Nice	Nantes	Strasbourg
Paris	0						
Marseille	661	0					
Lyon	392	278	0				
Toulouse	589	319	360	0			
Nice	686	160	298	469	0		
Nantes	343	696	516	465	791	0	
Strasbourg	398	616	383	736	543	710	0

On peut donc:

- Aboutir à **une solution très approchée** (voire non satisfaisante) si la taille du distancier est petite (N_{villes} petit)!
- Mais, d'un autre côté, pour une tolérance très réduite, obtenir **plusieurs solutions** si la taille du distancier est grande (N_{villes} grand)!

2- L'analyse par étapes : Indexation.Principes

- La mise en œuvre de la reconnaissance nécessite donc de régler ...:
 - tolérance de comparaison α_{max}
 - une taille du distancier
- ... adaptées :
 - au temps nécessaire pour effectuer les opérations de comparaisons ($\sim N^2_{villes}$)
 - à un distancier de référence \pm approximatif
 - à une distance $d_{exp\ k,l} = dist(V_k - V_l)$ à reconnaître entachée d'une incertitude

La reconnaissance débouche, *souvent*, sur plusieurs solutions potentielles d'autant plus nombreuses que:

- Le distancier est très volumineux
- La tolérance est très grande

Le choix de retenir la *meilleure solution* (ou de les classer) relève d'une décision prise par l'utilisateur sur la base de *critères de mérite numériques*.


Ex. {Marseille, Nantes} ($\Delta=4$ km) est meilleure que {Nantes, Strasbourg} ($\Delta = 10$ km) mais aussi en terme pourquoi pas de population (resp. 1,1 M et 0,5M)


2- L'analyse par étapes : Indexation.Reconnaissance d'angle


Indexation par reconnaissance d'angle entre deux taches de Laue

Savez reconnaître la structure cristalline dont deux familles de plans ont les normales séparées d'environ 29°?

Table de référence
(AnglesLUT) des angles α_{ij}
entre plans $(hkl)_i$ et $(hkl)_j$

 - 1 Etablir le distancier des angles entre normales
Celui de la structure la + proche possible de la solution

 - 2 Définir les plans considérées comme majeures
Ex. tous les plans des 11 familles:
{001}{011}{111}{102}{112}{122}{103}{113}{123}{133}{233}

 - 3 Accepter une tolérance sur la reconnaissance angulaire
Typiquement $\alpha_{max} = 0,5^\circ$

{h ₂ k ₂ l ₂ }	{h ₁ k ₁ l ₁ }						
	100	110	111	210	211	221	310
100	0 90						
110	45 90	0 60 90					
111	54.7	35.3 90	0 70.5 109.5				
210	26.6 63.4 90	18.4 50.8 71.6	39.2 75.0	0 36.9 53.1			
211	35.3 65.9	30 54.7 73.2 90	19.5 61.9 90	24.1 43.1 56.8	0 33.6 48.2		
221	48.2 70.5	19.5 45 76.4 90	15.8 54.7 78.9	26.6 41.8 53.4	17.7 35.3 47.1	0 27.3 39.0	
310	18.4 71.6 90	26.6 47.9 63.4 77.1	43.1 68.6	8.1 58.1 45	25.4 49.8 58.9	32.5 42.5 58.2	0 25.9 36.9
311	25.2 72.5	31.5 64.8 90	29.5 58.5 80.0	19.3 47.6 66.1	10.0 42.4 60.5	25.2 45.3 59.8	17.6 40.3 55.1
320	33.7 56.3 90	11.3 54.0 66.9	61.3 71.3	7.1 29.8 41.9	25.2 37.6 55.6	22.4 42.3 49.7	15.3 37.9 52.1
321	36.7 57.7 74.5	19.1 40.9 55.5	22.2 51.9 72.0 90	17.0 33.2 53.3	10.9 29.2 40.2	11.5 27.0 36.7	21.6 32.3 40.5
331	46.5	13.1	22.0				

Dans **LaueTools**:

1 -> *Angles LUT* (look up table)

2 -> **nLUT_{max}** : famille de plus haut indices h_{max}, k_{max}, l_{max}

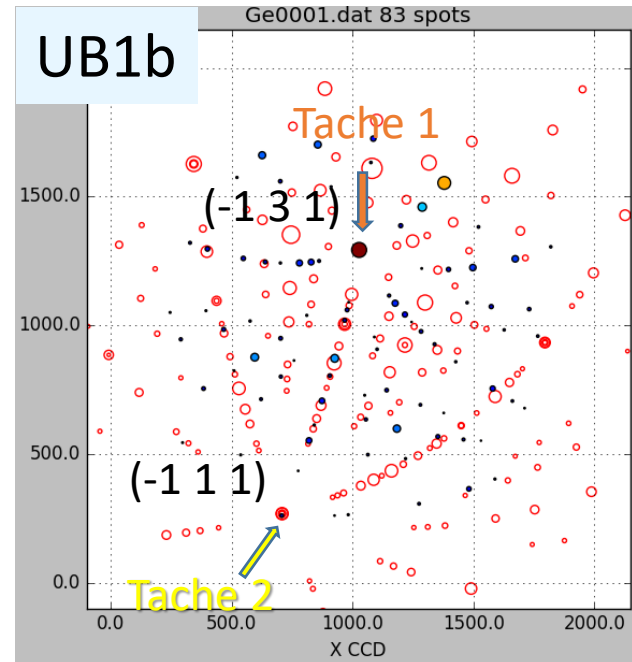
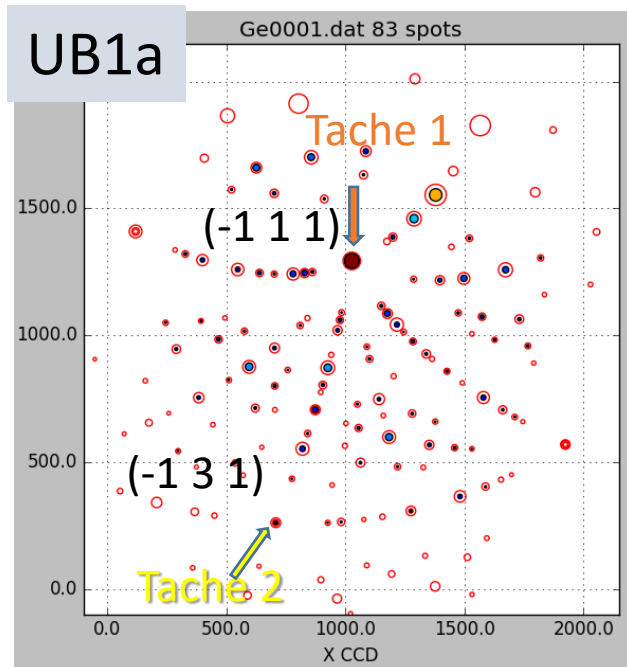
3 -> α_{max} Distance Recognition Tolerance Angle (**DRTA**)

2- L'analyse par étapes : Indexation.simulation

Si: $|\alpha_{k,l} - \alpha_{i,j \text{ ref}}| < \alpha_{\text{max}}$, l'angle $\alpha_{i,j}$ dans la table est reconnu et correspond à 1 couple $\{h_1 k_1 l_1, h_2 k_2 l_2\}$ et deux solutions potentielles:

	Tache 1	Tache 2	Matrice d'orientation
Solution 1a	$h_1 k_1 l_1$	$h_2 k_2 l_2$	UB1a
Solution 1b	$h_2 k_2 l_2$	$h_1 k_1 l_1$	UB1b

Puis, le diagramme de Laue de chaque solution est simulée



● expérimental

○ théorique

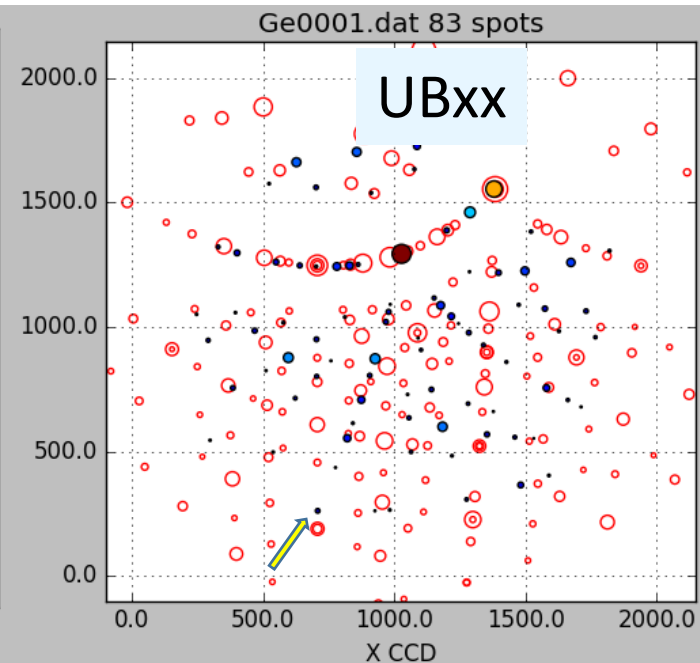
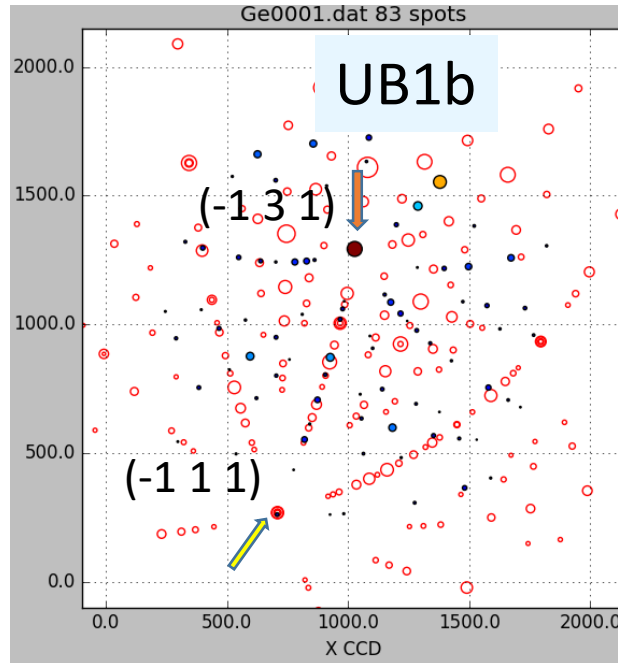
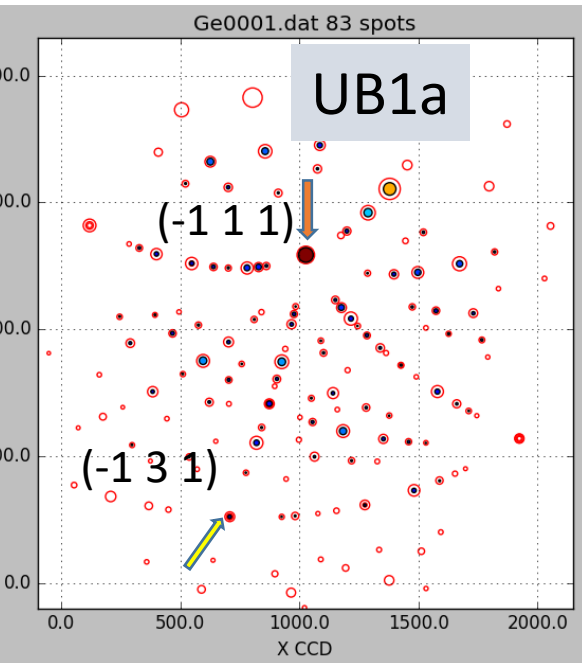
$$\alpha_{1,2} = 29,501^\circ$$

$$h_1 k_1 l_1 = (-1 \ 1 \ 1)$$

$$h_2 k_2 l_2 = (-1 \ 3 \ 1)$$

2- L'analyse par étapes : Indexation.matching

Pourquoi **UB1a** est elle une bonne solution ?



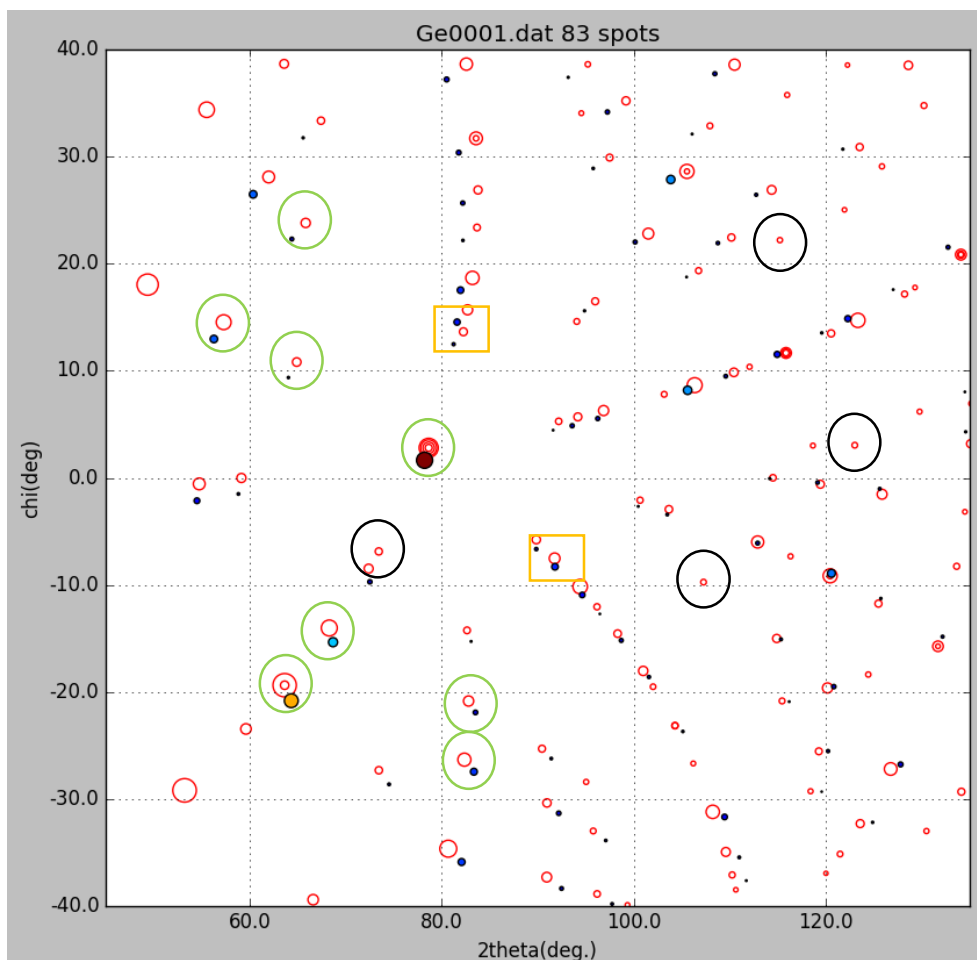
La similitude entre le diagrammes simulé (théorique) et expérimental est évaluée par le nombre de couples de taches des deux diagrammes à proximité.

Le nombre de couples (paires, *links*) de taches {exp., théo.} séparées d'un angle inférieur à un angle de tolérance (**matching rate tolerance angle MRTA**) rapporté au nombre total de taches simulés est le taux de coïncidence (**Matching Rate**) et sert de critère de mérite de similitude.




2- L'analyse par étapes : Indexation.matching. Appariement automatique

Appariement automatique (*Auto Links*), entre taches exp. et théo. proches est employé:

- ① Pour le calcul numérique de la similitude
- ② Pour la construction d'un jeu de paires de taches pour l'ajustement des données



tolerance angle = 0,5°

-  Association 1 voisin exp.
-  Association 2 ou + voisins exp.
-  Pas d'association (*Missing Reflection*)



- ① Nb de coïncidences pour le **Matching Rate**
 $N_{\text{paire}} (\text{vertes} + \text{orange}) / N_{\text{theo}} (\text{rouges})$
- ② Nb de taches pour l'ajustement d'un modèle
 $N_{\text{paire}} (\text{vertes})$

2- L'analyse par étapes : Indexation.matching

À partir de la sélection de deux tâches (k, l) (et donc de l'angle les séparant, $\alpha_{k,l}$) on obtient plusieurs solutions (matrices d'orientation, UB)

#Matrix	nb. <MTAR = 0.50	nb. <DRTA = 0.50	std. dev. (deg)
<input type="checkbox"/> 0	111	342	0.011
<input type="checkbox"/> 1	28	339	0.118
<input type="checkbox"/> 2	28	337	0.152

Energy min: 5 Energy max: 26

Plot Simul S3 Quit

Écart-type des séparations angulaires

Nb tâches expérimentales
(incluant harmoniques)
appariées, N_{paires}

Nb tâches théoriques
(incluant harmoniques)

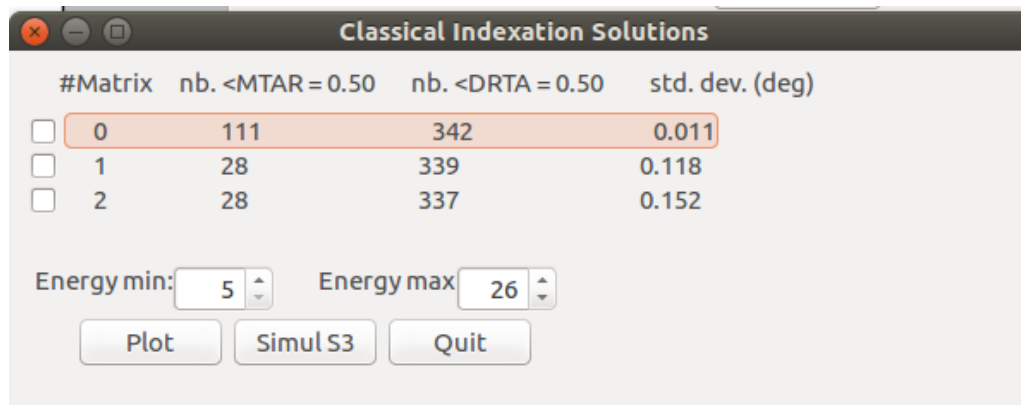
Une faible valeur de N_{paires} (faible similtude) peut être due à:

- Un faible nombre de tâches expérimentales considérées (cf recherche de pics)
- La structure de référence n'est pas la bonne,
ou trop éloignée de la réalité en raison de déformations)
- La tolérance angulaire de matching (MTRA) est trop petite



2- L'analyse par étapes : Indexation.matching

À partir de la sélection de deux taches (k, l) (et donc de l'angle les séparant, $\alpha_{k,l}$) on obtient plusieurs solutions (matrices d'orientation, UB)



#Matrix	nb. <MTAR = 0.50	nb. <DRTA = 0.50	std. dev. (deg)
<input checked="" type="checkbox"/> 0	111	342	0.011
<input type="checkbox"/> 1	28	339	0.118
<input type="checkbox"/> 2	28	337	0.152

Energy min: 5 Energy max: 26

Plot Simul S3 Quit

La détection d'une solution est d'autant repérable que le meilleur « sort du lot » (le plus grand N_{paires} est très supérieur aux autres).

Pour une orientation aléatoire et MTRA donné, $N_{\text{paires}} = 28$ dans ce cas



MTRA grand (appariement ultra probable)

+

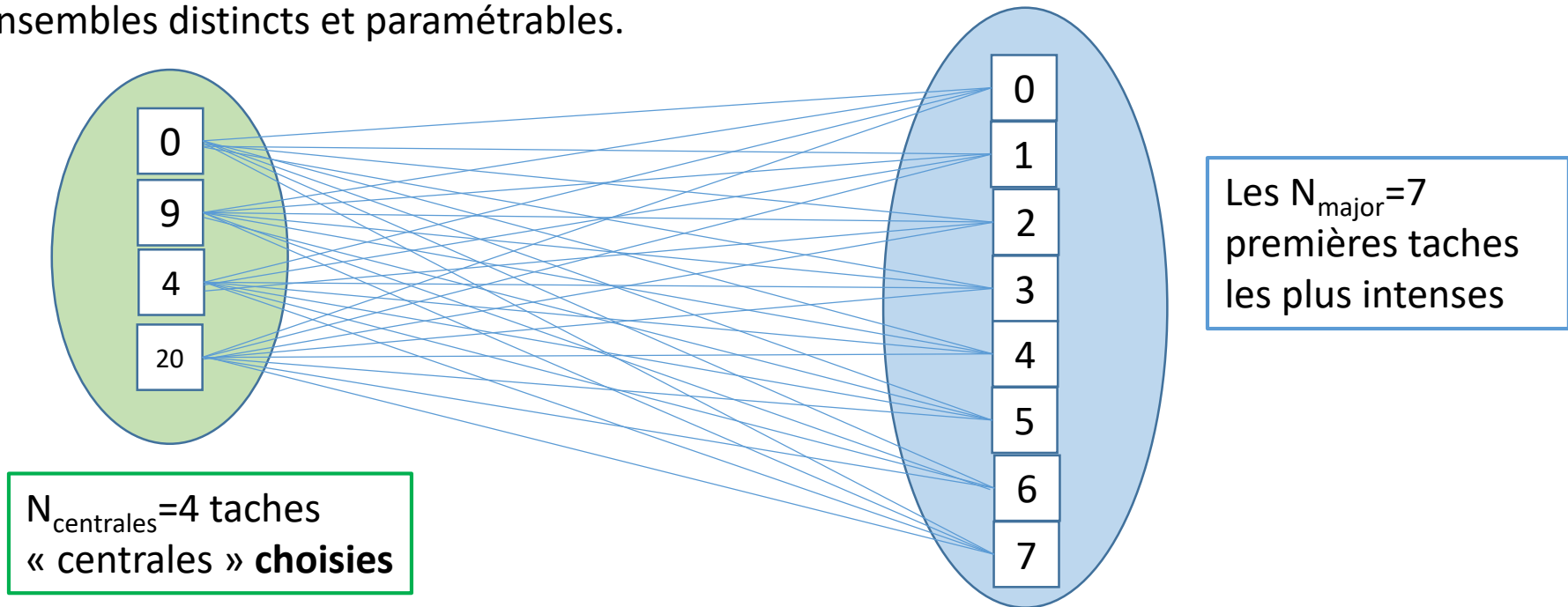
E_{max} grande (beaucoup de taches théo.)

=> mauvaise détection

2- L'analyse par étapes : Indexation Automatique

L'**indexation automatique** permet de passer **méthodiquement** au crible de la reconnaissance un grand nombre d'angles à partir d'une liste de taches de diffraction classées par intensité décroissante. La tache la plus intense possède le rang 0, puis la suivante le rang 1 etc.

Elle construit l'ensemble de paires de deux taches venant chacune respectivement de deux ensembles distincts et paramétrables.



Paires = { {0,0},{0,1},{0,...},{0,7},{9,0},{9,1},{9,...},{9,7},{...,...},{20,0},{20,1},{20,...},{20,7} }

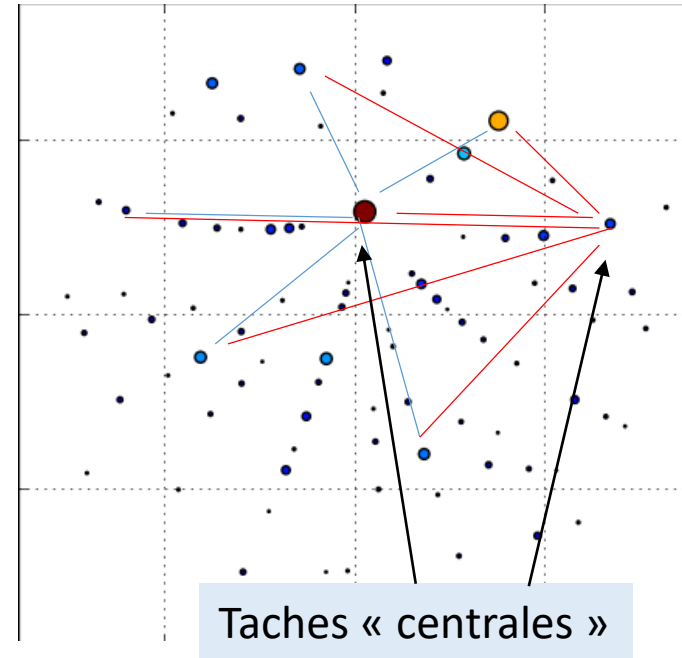
$N_{\text{paires}} = N_{\text{centrales}} \cdot N_{\text{major}}$

2- L'analyse par étapes : Indexation Automatique

A chaque élément de l'ensemble des paires $\{k,l\}$ formées est associé l'angle $\alpha_{k,l}$ de séparation entre normales aux plans cristallins correspondantes.

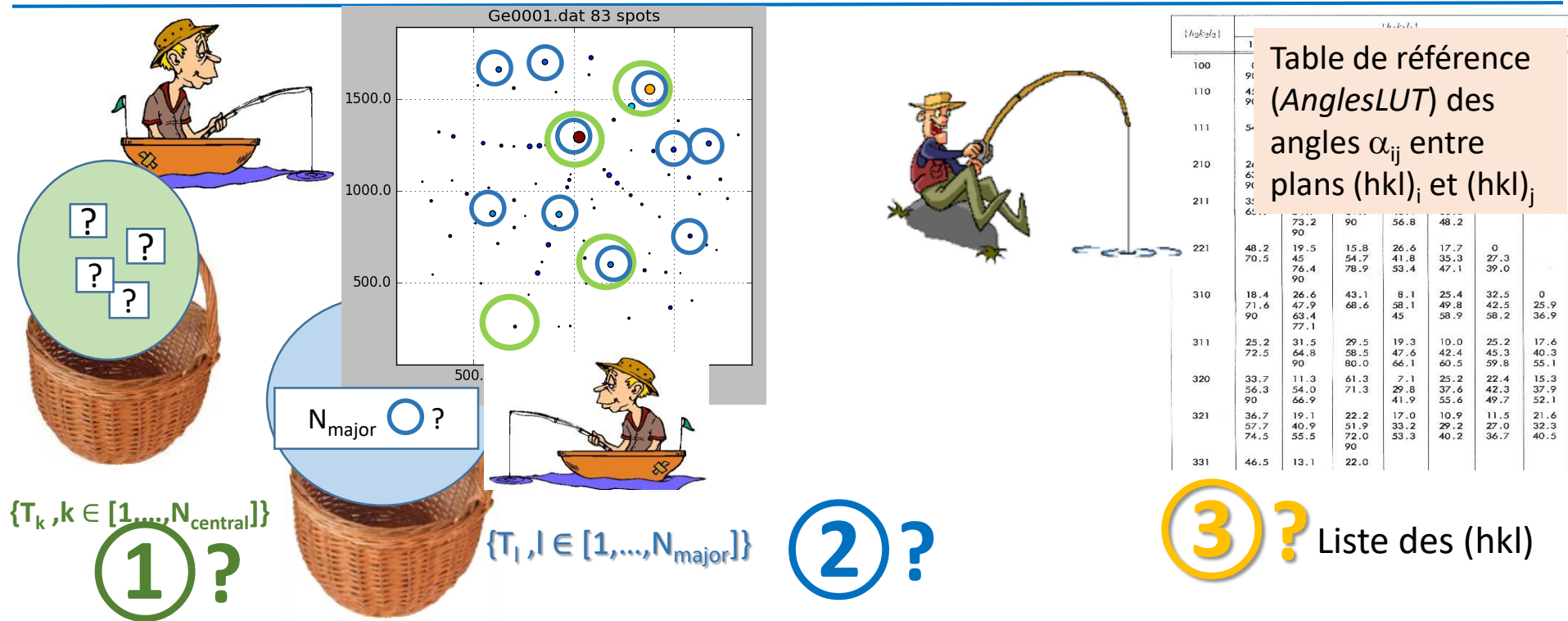
$$\begin{aligned} \text{Angles} = \{ & \alpha\{0,0\}, \alpha\{0,1\}, \alpha\{0,\dots\}, \alpha\{0,7\}, \\ & \alpha\{9,0\}, \alpha\{9,1\}, \alpha\{9,\dots\}, \alpha\{9,7\}, \\ & \dots \alpha\{\dots,\dots\}, \\ & \alpha\{20,0\}, \alpha\{20,1\}, \alpha\{20,\dots\}, \alpha\{20,7\} \} \end{aligned}$$

Comme précédemment, chaque angle α est comparée aux valeurs α_{ref} contenues dans la table de référence. Chaque fois que $|\alpha_{k,l} - \alpha_{\text{ref } i,j}| < \alpha_{\text{tolerance}}$, 2 matrices d'orientation UB_{ijkl_1} et UB_{ijkl_2} sont calculées en indexant les taches k et l avec les indices de Miller $(hkl)_i$ et $(hkl)_j$ correspondant aux plans i et j de la table de référence.



Les diagrammes de Laue de l'ensemble des matrices UB sont simulés et puis comparés quantitativement au diagramme expérimental avec la méthode d'appariement automatique.

2- L'analyse par étapes : Indexation Automatique



Réussir l'indexation requiert que chaque ensemble $(\text{green circle}, \text{blue circle})$ utilisé pour le calcul des angles mutuels de séparation α_{kl} entre taches T_k et T_l contienne au moins une tache expérimentale appartenant au même grain et dont le plan hkl correspondant appartienne à la table de référence.

La valeur raisonnable de N_{paires} est un compromis entre rapidité et fiabilité (resp. N_{paires} petit et grand).

2- L'analyse par étapes : Indexation Automatique. Que faire si?

Le réglage des paramètres d'indexation peut être délicat surtout lorsqu'on souhaite légitimement:

- Obtenir une(des) solution(s) fiable(s)
- En un temps le plus court possible

L'indexation n'aboutit pas, que faire?

Augmenter $N_{\text{tachesondées}} = \text{Card}(\text{taches centrales} \cap \text{taches majeures})$

Augmenter la taille des angles de références (LUT)

Augmenter $N_{\text{tachesexp}}$ (taille de la liste de taches)

C-à-d faire en sorte que parmi les $N_{\text{tachesondées}}$, il y en au moins 2 qui soit la lut

(par exemple, $n\text{LUT} > 3$ et $N_{\text{tachesondées}}$ plus grand que $N_{\text{taches_par_grain}}/N_{\text{grains}}$)

Augmenter les tolérances angulaires (de reconnaissance et/ou de matching) car la structure de référence est peut être trop éloignée de la réalité.



2- L'analyse par étapes : Indexation Automatique. Que faire si?



L'indexation débouche sur beaucoup de solutions mais toutes fausses?

Pour que la solution « sorte du lot » des solutions potentielles, réduire les tolérances angulaires (être sûr de la structure de réf) DTRA et MRTA



L'indexation prend trop de temps, que faire?

Réduire la lut

réduire Ntachesondés,

réduire Ntachesexp, acheter un machine + perf., attendre le calcul // ou le futur serveur

- L'indexation passe par l'acceptation d'un compromis
- L'indexation réussie et rapide requiert une phase de familiarisation avec les données



Quand est on sûr de l'indexation ?

Lorsque la totalité des pics théoriques coïncident avec une tache expérimentale* et, après ajustement, le résidu pixDev doit être de quelques 0.1 (pour des taches bien circulaires).

* Une tache expérimentale absente dans le fichier .cor peut être mesurée avec un temps d'exposition suffisant et une recherche de pics exhaustive.

2- L'analyse par étapes : ajustement (*fitting*)

L'**ajustement** des paramètres cristallins (**paramètres de maille, orientation, déformation**) et/ou de la **géométrie du détecteur** (calibration de la position et orientation etc.) consiste à *minimiser par moindres carrés* la somme des distances séparant les taches formant les paires {exp., théo}:

$$\chi = \sum_{\text{paire}_k} (\mathbf{r}_{\text{exp.}} - \mathbf{r}_{\text{théo.}}(\mathbf{p}))^2_{\text{paire}_k}$$

Avec

\mathbf{r} : vecteur 2D position en unité pixel

$\mathbf{p}=[p_1, p_2, \dots, p_n]$ paramètres du modèle

Pour **lancer un ajustement fiable**, il faut :

- Partir dispose d'une solution approchée qui fournira valeurs initiales des paramètres ajustables du modèle.
- Avoir un nombre de suffisant de paires en fonction du nombre de paramètres à ajuster
- Être sûr de l'association des taches formant les paires (associations **vertes**) sans équivoque d'une tache théorique avec une tache expérimentale.

2- L'analyse par étapes : ajustement (*fitting*)

Les ajustements courants sont ceux :

- des **8 paramètres cristallins** d'un cristal:

$$\mathbf{p}_{\text{cristal}} = [\theta_1, \theta_2, \theta_3, b/a, c/a, \alpha, \beta, \gamma] = [3 \text{ angles d'orientation}, 5 \text{ paramètres de maille}]$$

- des **5 paramètres de la géométrie** du plan détecteur:

$$\mathbf{p}_{\text{dét}} = [d_{\text{dét}}, X_{\text{cen}}, Y_{\text{cen}}, \beta, \gamma] = [\text{distance}, \text{position du projeté de l'échantillon}, \text{angles du plan détecteur}]$$



Comme toute méthode d'ajustement, il ne faut pas considérer seulement le résidu χ_{solution} final comme le seul critère de qualité (ou de précision) du résultat mais aussi le nombre de paramètres ajustés n .



Augmenter n pour réduire χ_{solution} revient à changer de modèle et conduit à augmenter les incertitudes sur les valeurs des éléments de $\mathbf{p}_{\text{solution}}$ et augmente le couplage entre eux.



Le diagramme de Laue d'un cristal déformé peut être en partie assimilée à un diagramme d'un cristal non déformé mesuré avec une géométrie du détecteur mal calibré.

2- L'analyse par étapes : ajustement (*fitting*)

Avec l'emploi de n'importe quelle méthode numérique, il faut **garder un esprit critique sur (*la meilleure*) solution (*mathématique*) obtenue.**

Si les paramètres résultant de l'ajustement $\mathbf{p}_{\text{solution}}$ ne sont pas satisfaisants, on peut remettre en cause (et/ou) par ordre de gravité:

- La **statistique**: Le nombre de paires N_{paires} pris en compte dans le modèle est faible
- La **fiabilité des paires** de taches: Il peut exister une incertitude (en raison d'une ambiguïté de positions des taches) sur le bon au mauvais appariement d'une tache expérimentale avec une tache théorique (\exists associations non **vertes**)
- Le **modèle** lui-même! Notamment:



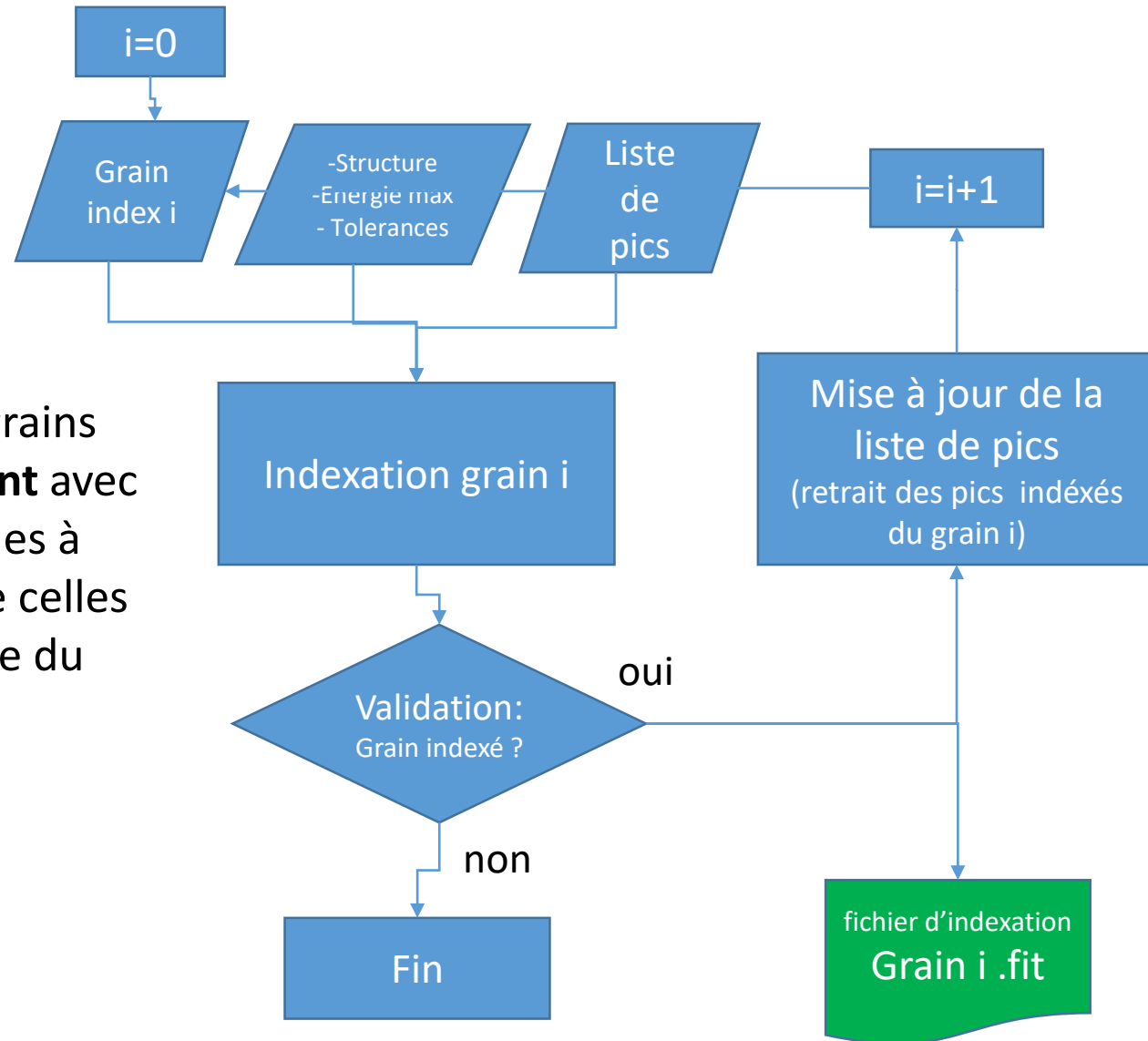
Une maille unique rend elle compte du diagramme de diffraction moyen d'une assemblée de grains ou d'un grain avec un champ d'orientation et/ou de déformation hétérogène?



Lors de calibration de la géométrie du plan détecteur, les faisceau diffractés formant le diagramme de Laue proviennent elles d'un cristal non déformé et d'une profondeur unique?

2- L'analyse par étapes : indexation plusieurs grains

L'indexation de plusieurs grains s'effectue **séquentiellement** avec une remise à jour des tâches à indexer par **effacement** de celles appartenant au diagramme du grain précédent.



2- L'analyse par étapes : calibration

La détermination précise des paramètres de calibration de la géométrie du détecteur conditionne la précision de:

- des angles de diffraction mesurés
- des résultats de l'ajustement des paramètres cristallins.

Une calibration **parfaite** (précise) nécessite de mesurer le diagramme de Laue d'un cristal dont les paramètres de maille sont **parfaitement** (précisément) connus.

Généralement, on choisit un wafer de Germanium non déformé aux taches de Laue circulaire (sans astérisme).

On peut dans certaines situations calibrer avec le signal du substrat (Si, LiF, Al₂O₃) même du film ou du grain étudié.

2- L'analyse par étapes : simulation plusieurs grains

Il est rassurant de pouvoir simuler:

- une superposition de diagramme de Laue de grains de nature différente.
(ex. grains sur un substrat)
- une superposition de diagramme de Laue de grains de même nature et en relation de macle.
- une superposition de diagramme de Laue d'une assemblée discrète de grains dont les paramètres cristallins sont très proches les uns des autres. Chaque tache de laue (de même hkl) apparaît allongée.
- Distribution d'orientation (axe, amplitude)
- Distribution de déformation (direction, amplitude)

1- Notions et concepts

2- L'analyse par étapes

3- La suite logicielle LaueTools