

Tomographie de texture : caractérisation cristallographique 3D non destructive d'échantillons métalliques texturés.

L. Jegou¹, Aditya Shukla¹, Fatma Nur Depboylu²

¹ European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), Grenoble, France, loic.jegou@esrf.fr

² SDU Mechatronics, Centre for Industrial Mechanics, Institute of Mechanical and Electrical Engineering, University of Southern Denmark, DK-6400, Sonderborg, Denmark

Résumé — Cet article présente une nouvelle méthode d'imagerie 3D non destructive pour l'étude d'échantillons métalliques texturés, qui représente aujourd'hui une part croissante des pièces industrielles produites. Cette méthode repose sur l'analyse d'images de diffraction 2D, pour reconstruire la distribution des orientations cristallographiques au sein d'un volume donné. Deux cas d'études préliminaires sont détaillés. Dans le premier, la tomographie de texture permet d'étudier la nucléation de grains lors du recuit d'un échantillon métallique écroui. Dans le second, cette méthode permet d'étudier l'évolution de la texture aux abords de l'interface entre deux pièces soudées par friction.

Mots clés — Texture, Rayons X, Tomographie, Nucléation.

1. Introduction

Les procédés de fabrications avancés, comme la fabrication additive [1], la fabrication hybride [2] ou les méthodes innovantes de soudage [3] produisent des pièces métalliques aux géométries et aux propriétés mécaniques de plus en plus complexes, avec par exemple des orientations cristallographiques privilégiées [4], ou l'assemblage de différents métaux [5]. Les propriétés macroscopiques de ces pièces dépendent principalement de leur microstructure [6], en particulier dans les métaux, qui à l'état solide sont des matériaux polycristallins, composés d'une multitude de grains. La diffraction des rayons X est un phénomène qui permet de caractériser l'arrangement des atomes dans un grain.

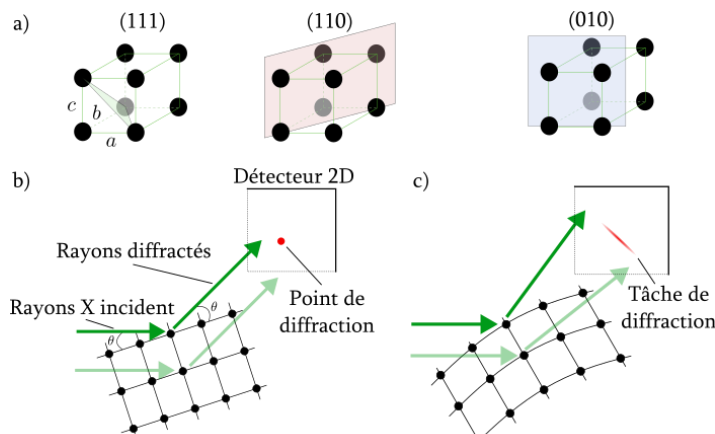


Figure 1 : (a) Schématisation de 3 plans de diffraction dans une lattice. (b) Diffraction des rayons X dans un grain non déformé. (c) Diffraction des rayons X dans un grain déformé.

En effet, ce dernier est très particulier puisqu'il consiste en la répétition d'une maille élémentaire, une lattice, dans l'intégralité du grain. Ce qui différencie 2 grains, c'est l'orientation de cette lattice. Cet arrangement donne naissance à des plans d'atomes (Figure 1 (a)), dont les caractéristiques (notamment la distance entre 2 plans) peuvent être connues en étudiant de quelle manière ils diffractent les rayons X (loi de Bragg).

Dans le cas idéal (où les grains n'ont pas de défauts), les rayons diffractés sont parallèles et forment des points nets de diffraction sur le détecteur (Figure 1 (b)).

En revanche, lorsque les grains sont déformés, les rayons diffractés divergent légèrement et forment des tâches de diffraction diffuses sur le détecteur (Figure 1 (c)). Il est également possible d'en observer lorsque l'échantillon contient de nombreux grains équiaux, qui diffractent tous d'une façon très similaire, donnant l'illusion d'un arc de diffraction alors qu'il s'agit en réalité de la superposition de nombreux points de diffraction.

Deux méthodes d'imagerie 3D non destructives basées sur le principe de diffraction existent : la DCT (pour *Diffraction Contrast Tomography* [7]) et le s3DXRD (pour *scanning 3D Xray Diffraction* [8]). Ces deux techniques sont extrêmement performantes pour reconstruire l'orientation des grains dans un échantillon pour lequel les signaux diffractés sont suffisamment espacés sur le détecteur et facilement identifiable (c'est-à-dire un niveau de déformation faible $\leq 5\%$ et/ou peu de grains équiaxes). Certaines avancées ont permis de reconstruire des échantillons plus déformés via ces techniques ([9], [10]), mais l'étalement des tâches de diffraction reste un facteur extrêmement limitant. Or, les conditions de fabrications particulières des procédés de fabrications avancés produisent justement des pièces avec des grains très déformés, et des orientations cristallographiques privilégiées (on parle alors de texture) [11]. Il s'avère que les propriétés mécaniques d'une pièce sont fortement liées à sa texture. Lorsqu'elle est aléatoire, ces dernières sont isotropes, tandis que plus l'échantillon est texturé, plus de l'anisotropie apparaît.

La tomographie de texture est une méthode récente [12] et particulièrement adaptée pour l'étude d'échantillons métalliques texturés et/ou avec des grains fortement déformés [13]. La seconde partie de cet article détaille dans un premier temps la mise en œuvre expérimentale de cette méthode, puis la manière dont les données sont analysées. La troisième partie de cet article porte sur deux cas d'études : la nucléation de grain lors du recuit d'une pièce métallique fortement déformée, et l'étude de l'interface entre deux pièces soudées par friction.

2. Dispositif expérimental

Les expériences présentées dans cet article ont toutes été réalisées au synchrotron Européen de Grenoble (*European Synchrotron Radiation Facility, ESRF*), sur la ligne de lumière ID11 [14]. Le rayonnement X produit a une longueur d'onde suffisamment petite ($\lambda \sim 1.10^{-10}$ m) pour permettre de traverser des échantillons métalliques de plusieurs millimètres. Le dispositif expérimental ainsi que les outils utilisés pour analyser les données sont présentés ci-après.

2.1. Tomographie de texture au synchrotron

L'acquisition d'images pour la tomographie de texture repose sur le même principe que la diffraction 3D par rayons X. Un échantillon est positionné sur un diffractomètre, une plateforme qui dispose de 3 axes de translation, et de 3 axes de rotation autour de ces derniers (Figure 2). Le scan se déroule de la manière suivante :

1. Le diffractomètre effectue une translation selon l'axe \vec{y} afin de positionner l'échantillon sur sa position initiale y_0 .
2. Le diffractomètre effectue une rotation de 180 degré autour de l'axe \vec{z} , et W images sont sauvegardées au cours de cette rotation.
3. Le diffractomètre effectue une translation de Δy selon l'axe \vec{y} .
4. Les étapes 2 et 3 sont répétées N fois jusqu'au scan complet de l'échantillon.
5. Au total, $N \times W$ images 2D sont sauvegardées.

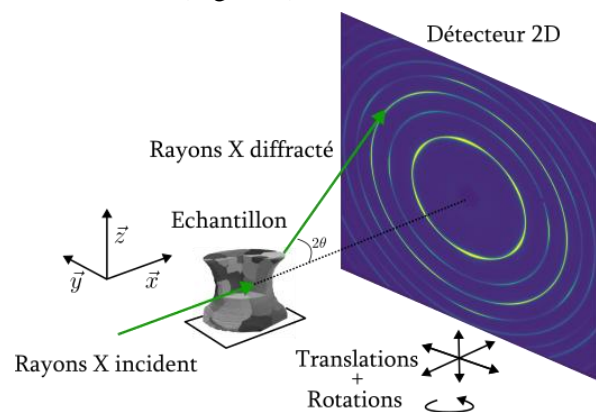


Figure 2 : Montage expérimental pour la tomographie de texture sur ID11.

Le faisceau de rayons X est monochromatique (son énergie est notée : $E_{faisceau} \in [43,100]$ keV), et est focalisé grâce à des lentilles (en aluminium ou en silicium). Pour la tomographie de texture, son diamètre peut varier entre 0.15 et 30 microns. Le pas de déplacement de l'échantillon (Δy) est généralement égal au diamètre du faisceau.

Un détecteur 2D est placé derrière l'échantillon, afin de récupérer le signal des rayons X diffractés. Deux types de détecteur sont utilisés, par comptage de photons (Eiger4M), et par intégration (Frelon4M). Le faisceau incident (atténué par l'échantillon) est complètement stoppé grâce à un *beamstop* (non représenté sur la Figure 2). L'image de diffraction de l'exemple (Figure 2) illustre bien le cas d'un matériau texturé, puisque les cercles de diffraction sont bien visibles, et leur intensité varie le long d'un même cercle.

2.2. Expériences in-situ

D'un point de vue scientifique, il est intéressant d'étudier l'évolution de la texture d'un échantillon lorsque ce dernier est soumis à des contraintes extérieures. L'ESRF dispose de nombreux dispositifs expérimentaux, dont deux présents sur la ligne de lumière ID11 :

1. une fournaise (Figure 3 (a)) indépendante de l'échantillon étudié. C'est important car l'échantillon doit pouvoir tourner sur lui-même dans le cadre de l'acquisition de données (paragraphe 2.1). La température peut varier entre 300 et 1200 Kelvin, le tout dans un environnement contrôlé (O₂, N, Ar...).
2. Un système de chargement uni-axiale conçu spécialement pour des éprouvettes de taille réduite ($\cong 1$ cm de hauteur), pour une charge maximale de 500N (Nanox, Figure 3 (b)).

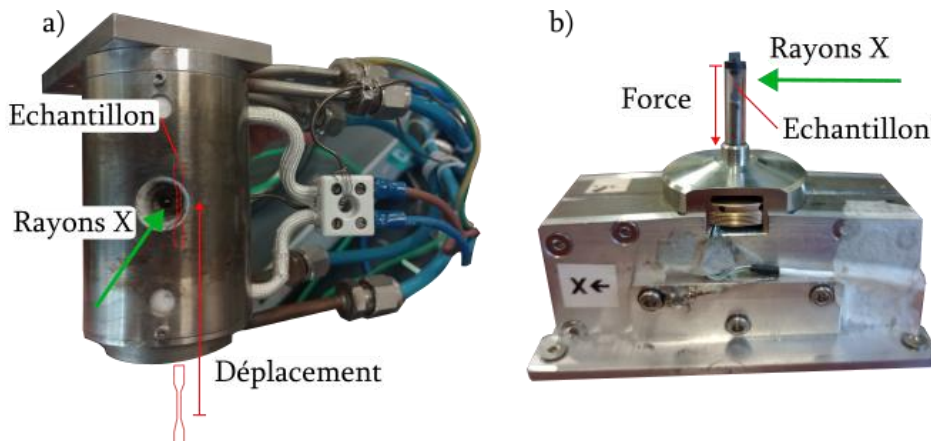


Figure 3 : Dispositifs expérimentaux sur la ligne de lumière ID11. (a) Fournaise. (b) Nanox.

2.3. Analyse des données

En tomographie de texture, ce que l'on cherche à reconstruire, c'est la distribution des orientations de l'échantillon. Pour un scan, il s'agit donc d'une image 2D (de dimension $N \times N$) où chaque pixel contient les coefficients qui permettent d'optimiser une fonction de distribution de l'orientation (*ODF* pour *Orientation Distribution Function* en anglais). Cette fonction permet d'estimer comment sont orientées les potentiels grains, au sein de ce pixel. Ainsi, les coefficients de l'ODF ont des valeurs différentes de 0 uniquement pour les orientations proches de celles des grains.

Les images de diffraction sont d'abord segmentées pour ne garder que le signal correspondant aux anneaux de diffraction (Figure 4 (a), avec B_{hkl} le nombre de réflexions étudiées), puis elles sont intégrées radialement sur B_η bins [15] (Figure 4 (b)), soit $(N \times W \times B_{hkl} \times B_\eta)$ données. Le sinogramme de l'échantillon (Figure 4 (c)) permet ensuite d'en calculer une reconstruction initiale (Figure 4 (d)), qui permet à la fois d'estimer un premier masque en vue de la reconstruction finale, mais aussi d'estimer la transmission des rayons X à travers le matériau étudié (loi de Beer-Lambert, Figure 4 (e)). Enfin, la reconstruction finale est réalisée en optimisant les coefficients de l'ODF afin de minimiser

l'écart entre l'intensité mesurée des données expérimentales ($N \times W \times B_{hkl} \times B_\eta$), et celle des données simulées.

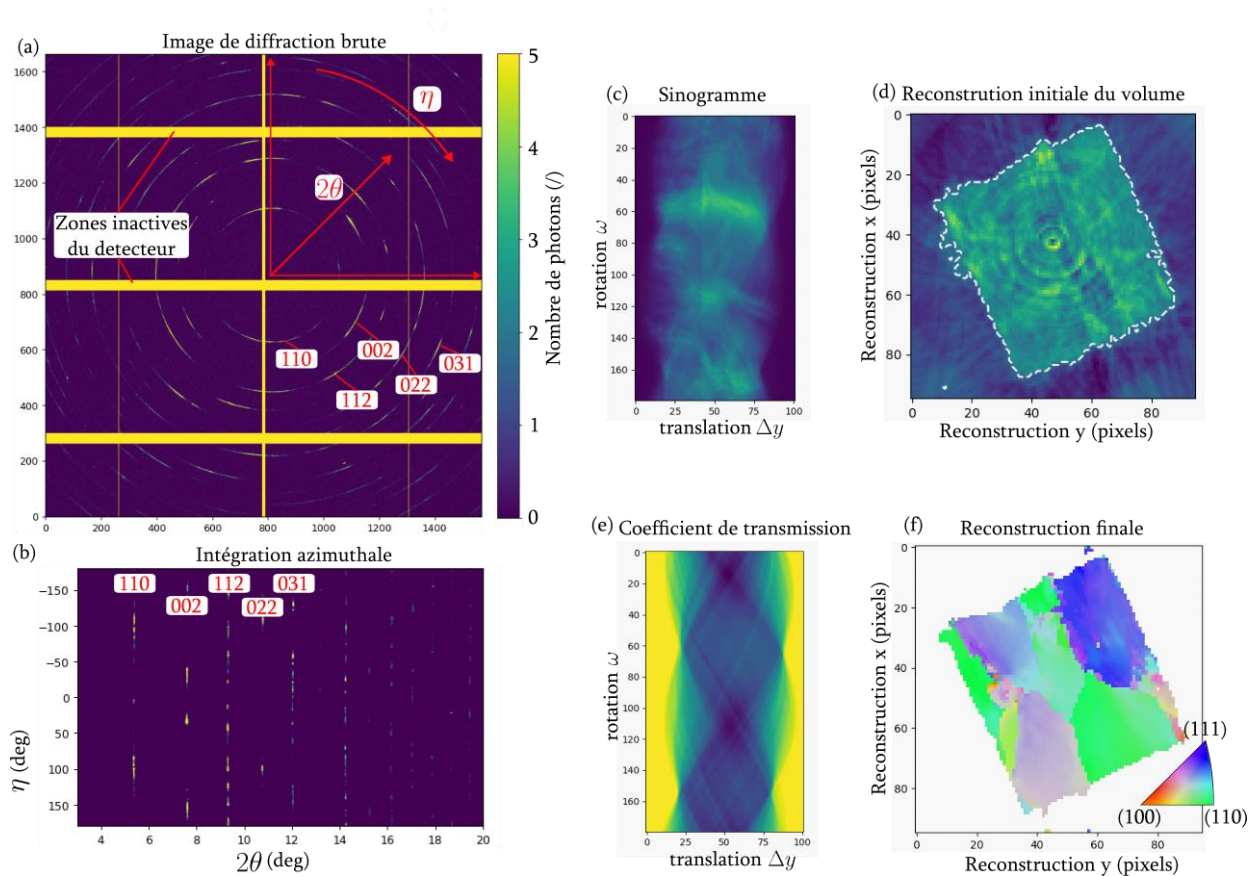


Figure 4 : Procédure d'analyse des données pour la tomographie de texture. Les images brutes (a) sont intégrées azimuthalement (b), puis le volume de l'échantillon est reconstruit à partir du sinogramme obtenu (d et c) afin d'estimer le coefficient de transmission (e) et de reconstruire la texture (f).

Toutes les analyses ont été réalisées grâce à la branche *ODF* du package Mumott [16], disponible en ligne (<https://gitlab.com/liebi-group/software/odf-mumott>).

3. Résultats

Dans cette partie, cette méthode est utilisée pour reconstruire la texture cristallographique de deux échantillons, dans deux contextes différents. Le premier cas d'étude porte sur l'étude de la nucléation de grains lors du recuit d'une pièce en acier après écrouissage (avec une réduction d'épaisseur de 70%). L'objectif est d'identifier les conditions ainsi que les sites de nucléation des nouveaux grains qui apparaissent au sein des grains texturés pendant le recuit.

Le second cas d'étude porte sur l'analyse d'un assemblage de deux pièces en acier inoxydable 316L (produites par fabrication additive sur lit de poudre), via soudage par friction. L'objectif est de comprendre comment évolue la texture au niveau de l'interface.

3.1. Nucléation de grains lors du recuit après écrouissage

Durant cette expérience, l'échantillon est placé à 10 reprises dans une fournaise à 610°C pendant 45s, dans un environnement contrôlé sous un flux constant d'azote afin d'éviter au maximum l'oxydation de sa surface. A cet effet, l'échantillon est également recouvert d'une peinture anti-oxydation. En

cristallographie, le taux de recristallisation est estimé grâce à l'équation de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov [17]. Cette dernière indique que la recristallisation est plutôt lente au début du recuit, puis accélère rapidement entre 10 et 90% de recristallisation, avant de ralentir à nouveau pour atteindre une recristallisation totale (Figure 5).

% de recristallisation

Cette étude se concentre sur la première partie de cette courbe, où l'échantillon est encore majoritairement texturé, et la tomographie de texture particulièrement adaptée.

Avant d'entamer le recuit, les grains de l'échantillon sont très déformés, et un premier scan permet de reconstruire la texture de l'échantillon à l'état initial.

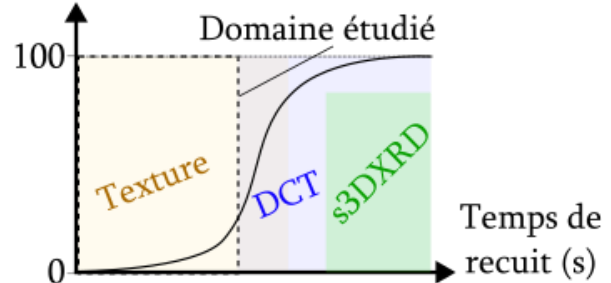
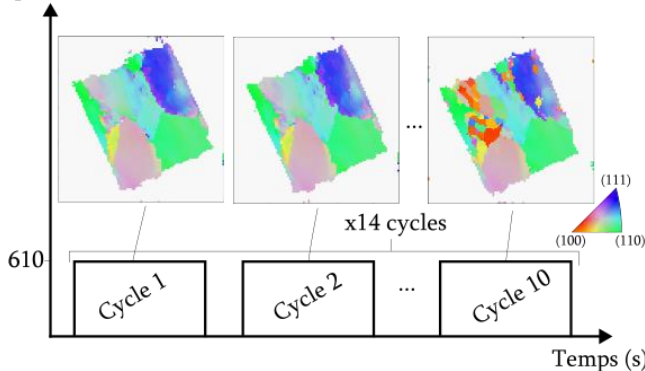


Figure 5 : Courbe schématique du taux de recristallisation en fonction du temps de recuit)

Temperature (C)



Ensuite, après chaque recuit, 15 couches de l'échantillon sont scannées selon la procédure décrite dans la section précédente (paragraphe 2.1).

Ce scan représente un volume de $303 \times 303 \times 45 \mu\text{m}$, soit $101 \times 101 \times 15$ voxels, et 110 Gb de données brutes (correspondant aux images 2D).

Figure 6 : texture de l'échantillon au cours des cycles 1, 2 et 10 du recuit.

Ces résultats permettent de montrer comment la texture évolue au cours de recuits successifs (Figure 7). Visuellement, de nouvelles orientations apparaissent dès le 4^{ème} cycle (nouveaux pixels orange), mais ces informations ne permettent pas d'affirmer qu'il s'agit d'un nouveau grain avec certitude.

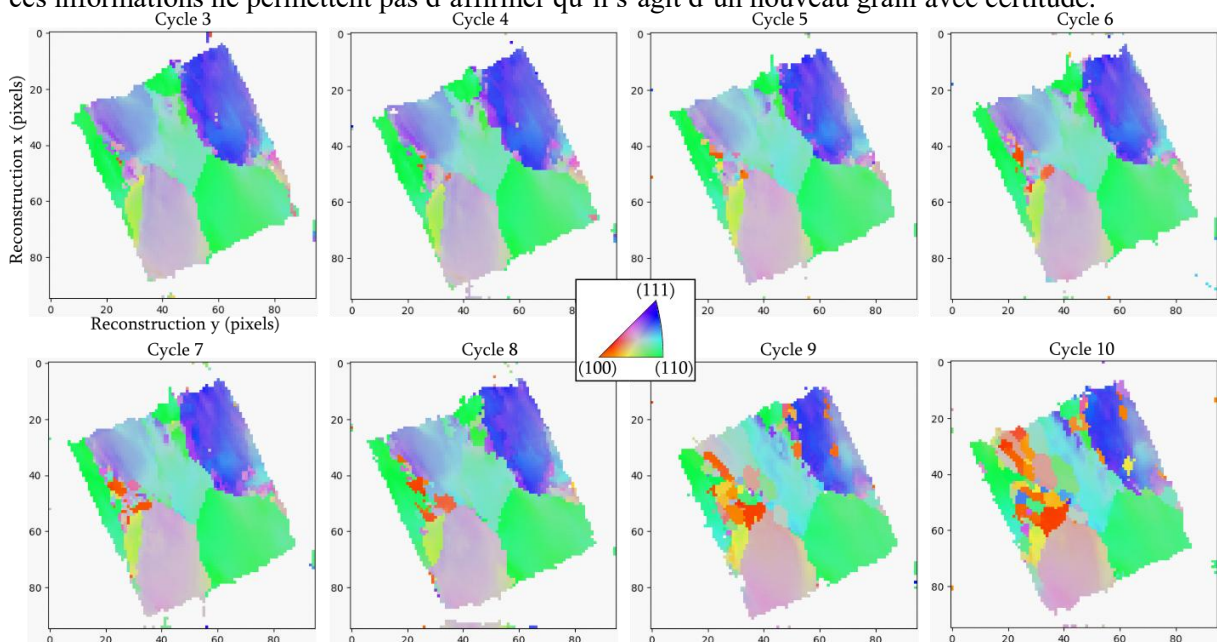


Figure 7 : Evolution de la texture au cours des 8 derniers cycles de recuit.

En effet, la détection de la nucléation de nouveaux grains doit se faire directement sur les images brutes. Expérimentalement, lorsqu'un grain recristallisé (*i.e.* sans défaut) est scanné, un spot de diffraction très brillant apparaît sur le détecteur. Ici, l'enjeu est de segmenter ce spot de diffraction parmi le signal plus diffus des grains déformés (Figure 8 (a)).

C'est un problème commun en cristallographie, bien que généralement, l'objectif soit généralement de supprimer les pics de diffraction [18]. La même méthode de *sigma-clipping* a été appliqué dans ce cas d'étude. Cette méthode consiste à segmenter l'image de manière locale. Dans une zone réduite A , les pixels segmentés sont ceux dont l'écart à la valeur moyenne sur A ($|I - \bar{I}_A|$) est supérieure à n fois l'écart-type de cette zone ($\sigma(I)$) : $|I - \bar{I}_A| > n\sigma(I)$. Ici, n vaut 8.

Cette méthode permet de supprimer tous les signaux qui proviennent des grains texturés, et de ne garder uniquement les pics de diffraction des nouveaux grains (Figure 8 (b)). Le package python ImageD11 (<https://github.com/FABLE-3DXRD/ImageD11>) permet ensuite de reconstruire les grains individuellement afin d'estimer leur nombre lors de chaque recuit (Figure 8 (c)). La diminution du nombre de grains lors de la dernière étape de recuit peut signifier que de petits grains ont fusionné entre eux pour en former des plus gros. Cet aspect est encore en cours d'étude.

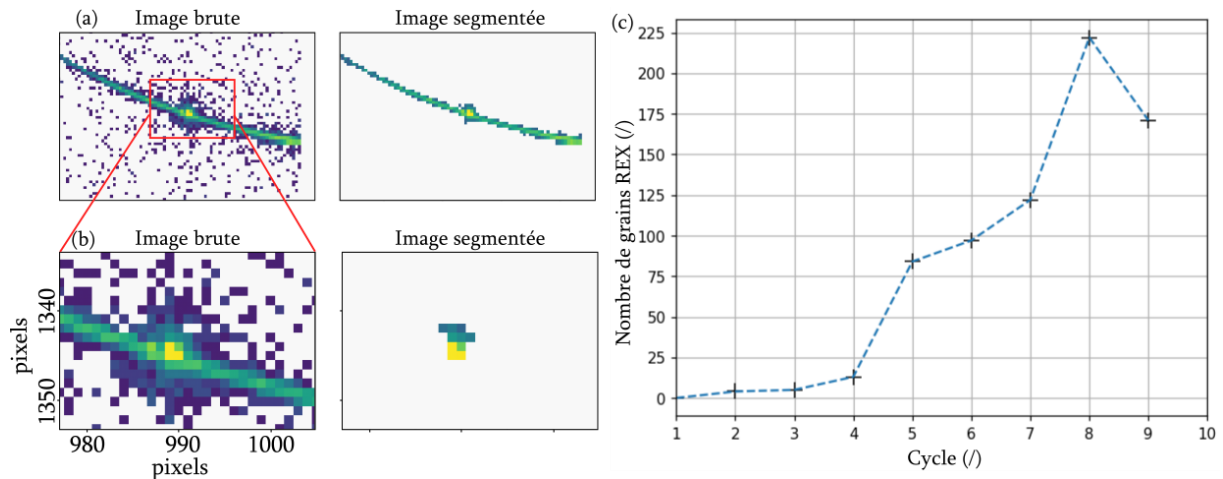


Figure 8 : (a) Segmentation classique des images de diffraction. (b) Segmentation avec sigma-clipping. (c) Evolution du nombre de grains en fonction du cycle de recuit sur une couche donnée.

Le prochain objectif de cette étude est de parvenir à reconstruire la position et la forme des grains identifiés grâce à ImageD11, puis d'identifier quel est l'impact de la texture dans leur apparition.

Ce type d'étude est particulièrement adapté aux échantillons issus de la fabrication additive, et donc avec des grains très déformés dû aux importants gradients de température. En effet, via ce type de procédé, les pièces fabriquées sont soumises à des cycles thermiques semblables à ceux d'un recuit lors du passage successif de la source de chaleur (laser, torche de soudure...). Selon les dimensions de la pièce, ces variations de températures peuvent entraîner la nucléation de nouveaux grains et modifier la texture des pièces produites (et donc leurs propriétés mécaniques à plus grande échelle).

3.1. Soudure par friction de deux pièces issues de fabrication sur lit de poudre

Pour cette étude, les échantillons ont été fabriqués en deux temps. D'abord, deux moitiés d'éprouvettes en acier inoxydable ont été fabriquées additivement via fusion sur lit de poudre, puis jointes par soudage par friction [19]. Des tests à l'échelle macroscopique ont permis de mettre en évidence une augmentation de la dureté au niveau de la soudure, et que la fissuration de ce genre d'éprouvette avait lieu en dehors de la soudure, et dans les zones non affectées thermiquement.

L'analyse cristallographique a quant à elle permis de montrer l'existence de trois zones distinctes : le métal de base (Figure 9 (b.1)), texturé et avec de gros grains (une microstructure typique du procédé de fabrication additive sur lit de poudre). Une zone affectée thermiquement (Figure 9 (b.2)) où une orientation unique commence à apparaître, et les grains deviennent de plus en plus petits. La zone de soudure (Figure 9 (b.3)), où l'orientation est uniforme sur toute la section de l'éprouvette.

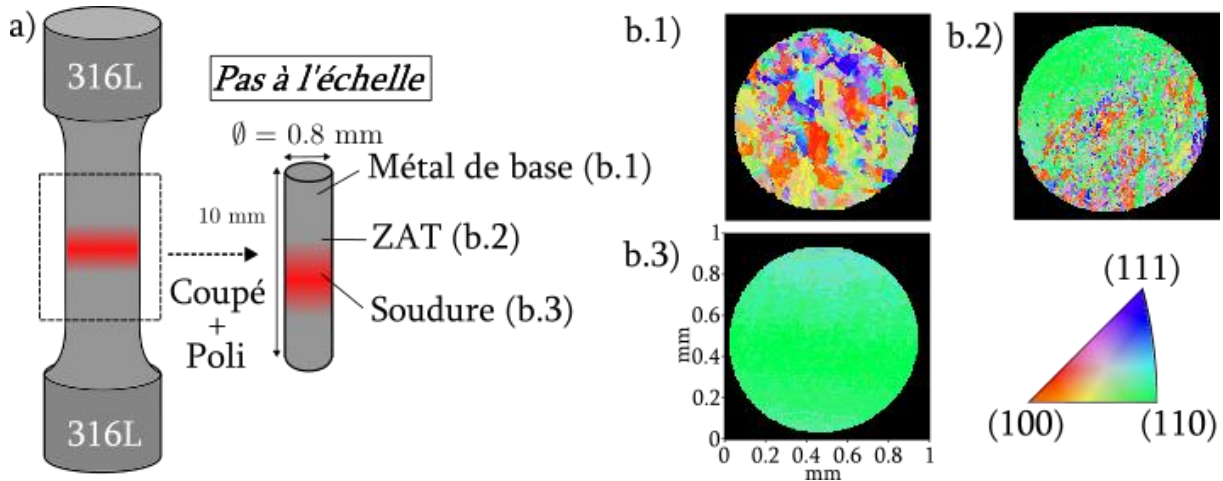


Figure 9 : (a) dessin de l'éprouvette étudiée et des différentes zones cristallographiques identifiées b.1, b.2 et b.3.

Ces résultats préliminaires permettent d'envisager de futurs travaux sur ce genre d'échantillon :

- une étude de l'évolution de la texture lorsque l'échantillon est mis sous contrainte. Cette étude permettra également de développer une nouvelle méthode pour évaluer les contraintes résiduelles d'un matériau, à partir des images de diffractions collectées pour la reconstruction de la texture de ce dernier.
- l'évolution de la texture lorsque deux matériaux différents sont soudés ensemble, par exemple de l'acier et du cuivre.

4. Remerciements

Je remercie Aditya Shukla avec qui je travaille sur la nucléation de grains, ainsi que Fatma Nur Depboylu et Andrei-Alexandru Popa pour m'avoir fourni les échantillons étudiés dans le second cas d'étude. Enfin, je remercie l'ESRF pour m'avoir accordé du temps de faisceau sur la ligne de lumière ID11.

5. Références bibliographiques

- [1] W. Gao *et al.*, « The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering », *Computer-Aided Design*, vol. 69, p. 65-89, déc. 2015, doi: 10.1016/j.cad.2015.04.001.
- [2] K. A. Lorenz, J. B. Jones, D. I. Wimpenny, et M. R. Jackson, « A REVIEW OF HYBRID MANUFACTURING ».
- [3] D. Kumar Rajak, D. D. Pagar, P. L. Menezes, et A. Eyvazian, « Friction-based welding processes: friction welding and friction stir welding », *Journal of Adhesion Science and Technology*, vol. 34, n° 24, p. 2613-2637, déc. 2020, doi: 10.1080/01694243.2020.1780716.
- [4] J. Pistor et C. Körner, « A novel mechanism to generate metallic single crystals », *Sci Rep*, vol. 11, n° 1, déc. 2021, doi: 10.1038/s41598-021-04235-2.
- [5] P. Zhao *et al.*, « Texture characteristics and fracture mechanism of linear friction welded joints of dissimilar titanium alloys after annealing », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 866, p. 144709, févr. 2023, doi: 10.1016/j.msea.2023.144709.
- [6] M. R. Jandaghi, A. Saboori, L. Iuliano, et M. Pavese, « On the effect of rapid annealing on the microstructure and mechanical behavior of additively manufactured stainless steel by Laser Powder Bed

- Fusion », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 828, p. 142109, nov. 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.142109.
- [7] W. Ludwig, S. Schmidt, E. M. Lauridsen, et H. F. Poulsen, « X-ray diffraction contrast tomography: a novel technique for three-dimensional grain mapping of polycrystals. I. Direct beam case », *J Appl Crystallogr*, vol. 41, n° 2, p. 302-309, avr. 2008, doi: 10.1107/S0021889808001684.
- [8] E. M. Lauridsen, S. Schmidt, R. M. Suter, et H. F. Poulsen, « Tracking: a method for structural characterization of grains in powders or polycrystals », *J Appl Crystallogr*, vol. 34, n° 6, p. 744-750, déc. 2001, doi: 10.1107/S0021889801014170.
- [9] H. Fang, D. Juul Jensen, et Y. Zhang, « A flexible and standalone forward simulation model for laboratory X-ray diffraction contrast tomography », *Acta Crystallogr A Found Adv*, vol. 76, n° 6, p. 652-663, nov. 2020, doi: 10.1107/S2053273320010852.
- [10] A. Henningson *et al.*, « Microstructure and stress mapping in 3D at industrially relevant degrees of plastic deformation », *Sci Rep*, vol. 14, n° 1, p. 20213, août 2024, doi: 10.1038/s41598-024-71006-0.
- [11] H. Roirand, N. Saintier, A. Hor, et B. Malard, « Understanding of additively manufactured material cyclic behavior at the grain scale by neutron diffraction and crystal plasticity modeling », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 918, p. 147380, déc. 2024, doi: 10.1016/j.msea.2024.147380.
- [12] M. P. K. Frewein *et al.*, « Texture tomography, a versatile framework to study crystalline texture in 3D », 17 avril 2024, *arXiv: arXiv:2404.11195*. doi: 10.48550/arXiv.2404.11195.
- [13] M. Carlsen *et al.*, « Non-destructive 3D characterization of microtextured regions in the bulk of Ti-6Al-4V alloy », 11 novembre 2025, *arXiv: arXiv:2511.08062*. doi: 10.48550/arXiv.2511.08062.
- [14] J. Wright, C. Giacobbe, et M. Majkut, « New opportunities at the Materials Science Beamline at ESRF to exploit high energy nano-focus X-ray beams », *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 24, n° 2, p. 100818, avr. 2020, doi: 10.1016/j.cossms.2020.100818.
- [15] G. Ashiotis *et al.*, « The fast azimuthal integration Python library: *pyFAI* », *J Appl Crystallogr*, vol. 48, n° 2, p. 510-519, avr. 2015, doi: 10.1107/S1600576715004306.
- [16] L. C. Nielsen *et al.*, « Mumott -- a Python package for the analysis of multi-modal tensor tomography data », 23 avril 2025, *arXiv: arXiv:2504.16446*. doi: 10.48550/arXiv.2504.16446.
- [17] M. Avrami, « Kinetics of Phase Change. II Transformation-Time Relations for Random Distribution of Nuclei », *The Journal of Chemical Physics*, vol. 8, n° 2, p. 212-224, févr. 1940, doi: 10.1063/1.1750631.
- [18] J. Kieffer *et al.*, « Application of signal separation to diffraction image compression and serial crystallography », *J Appl Crystallogr*, vol. 58, n° 1, p. 138-153, févr. 2025, doi: 10.1107/S1600576724011038.
- [19] F. N. Depboylu, L. Jegou, L. Tavares, et A.-A. Popa, « On joining additive manufactured metals via friction welding technology: a comprehensive mechanical and microstructural study on 316 L stainless steel components », *Additive Manufacturing Letters*, vol. 14, p. 100309, juill. 2025, doi: 10.1016/j.addlet.2025.100309.