



**HAL**  
open science

# Caractérisations quantitatives 3D à l'échelle nanométrique de l'extrême surface de lentilles à dioptries asphériques par analyse d'images.

Sylvain Gras

► **To cite this version:**

Sylvain Gras. Caractérisations quantitatives 3D à l'échelle nanométrique de l'extrême surface de lentilles à dioptries asphériques par analyse d'images.. Traitement du signal et de l'image [eess.SP]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2007. Français. NNT : 440 IVS . tel-00799798

**HAL Id: tel-00799798**

**<https://theses.hal.science/tel-00799798>**

Submitted on 12 Mar 2013

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



N° d'ordre : 440 IVS

**THESE**  
**présentée par**

*Sylvain Gras*

Pour obtenir le grade de Docteur  
de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne

Spécialité : Image, Vision, Signal

*Caractérisations quantitatives 3D à l'échelle nanométrique de  
l'extrême surface de lentilles à dioptries asphériques par analyse  
d'images.*

Soutenue à Saint-Etienne le 10 mai 2007

Membres du jury

Président :

M. Jean-Pierre Goure                      Professeur à l'Université de Saint-Etienne

Rapporteurs :

M. Philippe Bolon                          Professeur à l'Université de Savoie

M. Jean Naud                                  Professeur à l'Université Catholique de Louvain

Examineurs :

M. Gérard Corbasson                      Ingénieur, délégué du Pôle Optique Rhône-Alpes

M. Bernard Feraud                          Ingénieur Thalès-Angénieux

M. Serge Valette                              Ingénieur au CEA, directeur du PORA

Directeur(s) de thèse :

M. Jean-Charles Pinoli                      Professeur ENSM-SE, directeur de thèse

M. René-Yves Fillit                          Ingénieur hors classe ENSM-SE, co-encadrant



## Remerciements

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Jean-Charles Pinoli, mon directeur de thèse, responsable du département *CIS* et directeur de la recherche à l'*Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne*, pour son soutien et ses encouragements. Notre collaboration m'a permis de progresser et de me constituer de solides bases pour le futur.

Je remercie également Bernard Feraud, ingénieur à la direction technique de *Thalès-Angénieux* pour son accueil et pour la confiance qu'il m'a toujours témoigné. Son expérience de la recherche et ses conseils m'ont été très précieux et ont contribué à mener à bien mon travail.

Ma profonde gratitude va également à Monsieur René-Yves Fillit, responsable du service diffraction par rayons X du centre *SMS* de l'*Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne*, pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et m'avoir donné la possibilité de travailler dans de bonnes conditions.

Mes sincères remerciements vont aussi au *Pôle Optique Rhône-Alpes* et à ses représentants, Serge Valette et Gérard Corbasson, qui ont gracieusement accepté de mettre à ma disposition bon nombre de leurs moyens de fabrication et de contrôle, mais aussi pour leur participation à mon jury.

Je suis très reconnaissant à Jean Naud de l'*Université Catholique de Louvain* et Philippe Bolon de l'*Université de Savoie* de l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de juger ce travail de recherche et d'être les rapporteurs de cette thèse. Leurs remarques ont pleinement contribué à l'amélioration de ce travail. J'adresse également ma sincère gratitude à Jean Pierre Goure de l'*Université Jean Monnet de Saint-Etienne* pour avoir accepté de présider ce jury.

## Remerciements

J'exprime toute ma sympathie à l'ensemble des doctorants et plus généralement au personnel de l'*Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne* et de la société *Thalès-Angénieux* pour le soutien qu'ils m'ont apporté durant ces trois années. Plus particulièrement, je souhaite remercier vivement Huguette Bruyas, Maud Schembri-Bimblich, du laboratoire de diffraction par rayons X, mais aussi Sylvain Cano, Frédéric Guyot, et Louis Thizi, personnel du service de fabrication d'optiques asphériques, pour la patience qu'ils ont eu à mon égard.

Je remercie enfin tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin à l'accomplissement de ce travail : ma famille, mes amis qui, par leurs encouragements et le temps qu'ils m'ont consacré, ont permis à ce travail d'arriver à son terme. Merci également à ma mère et à Nicolas d'avoir eu la patience de corriger mon manuscrit. Et surtout, merci à Rébecca de m'avoir supporté et soutenu quotidiennement.

# Sommaire

<b>Remerciements.....</b>	<b>1</b>
<b>Sommaire .....</b>	<b>5</b>
<b>Introduction .....</b>	<b>11</b>
<b>Chapitre I : Les dioptries asphériques et leurs méthodes de fabrication en optique de précision .....</b>	<b>15</b>
1. Généralités sur les surfaces asphériques et leur réalisation .....	15
1.1. Historique.....	15
1.2. Intérêt des surfaces asphériques .....	17
1.3. Définition d'une asphérique.....	18
2. Les matériaux utilisés pour la réalisation de lentilles .....	21
2.1. Les verres .....	22
2.2. Les polymères.....	23
2.3. Les cristaux de MgF <sub>2</sub> , Ge, Si, ZnS, ZnSe, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	24
2.4. Un cristal particulier : le fluorure de calcium .....	24
3. Méthode de fabrication de dioptries en fluorine .....	25
3.1. La préparation des lentilles avant polissage.....	27
3.1.1. Le débordage .....	29
3.1.2. L'ébauchage .....	29
3.1.3. Le doucissage .....	30
3.2. La fabrication conventionnelle.....	30
3.3. La réalisation de lentilles sphériques sur une machine à commande numérique.....	31
3.4. La microrectification de dioptries en fluorine.....	32
3.4.1. Le meulage .....	33
3.4.2. Le polissage souple .....	36
3.4.3. La finition magnéto-rhéologique.....	38
3.5. Le tournage à l'outil diamant .....	39
4. Conclusion .....	40
<b>Chapitre II : Mesures standards et contrôle des lentilles en fluorine .....</b>	<b>41</b>
1. Le contrôle optique .....	42
1.1. Le contrôle de forme et d'état de surface .....	42
1.2. Le contrôle d'aspect .....	42
2. Les défauts et les moyens de les caractériser .....	43
2.1. Les défauts.....	43
2.1.1. Les irisations.....	44
2.1.2. Les défauts de coupe .....	45
2.1.3. Les arrachements .....	46
2.1.4. Les Sub-Surface Damages.....	47
2.2. Mesures avec ou sans contact.....	52
2.2.1. Mesures de forme .....	54
2.2.2. Mesures d'état de surface .....	56

2.3. Mesures de surfaces asphériques.....	56
3. Bilan des méthodes de caractérisation .....	58
4. Conclusion .....	59
<b>Chapitre III : Réalisation de lentilles en fluorine et caractérisations des échantillons...</b>	<b>61</b>
1. Première campagne d'essais sur des dioptres plans en fluorine .....	61
1.1. Géométrie des lentilles .....	62
1.2. Protocole opératoire et résultats des essais .....	62
1.2.1. Le polissage traditionnel .....	64
1.2.2. La microrectification .....	65
1.2.3. Le polissage souple .....	68
1.2.4. La finition magnéto-rhéologique .....	69
1.2.5. Le tournage à l'outil diamant .....	70
1.3. Comparaison et bilan des premiers essais .....	74
1.3.1. Les mesures par diffraction des rayons X .....	77
1.3.2. Tentative d'explications des zones d'arrachements .....	78
2. Seconde campagne de fabrication de dioptres sphériques en fluorine orientée.....	81
2.1. Choix de la lentille biconvexe particulière.....	81
2.1.1. Limitation à des lentilles sphériques et géométrie de la lentille.....	81
2.1.2. Passage à la fluorine orientée .....	83
2.1.3. Mesures associées à cette lentille .....	84
2.2. Processus de fabrication .....	85
2.2.1. Le polissage sur une machine CN .....	91
2.2.2. Le tournage à l'outil diamant des dioptres .....	92
2.2.3. La microrectification des dioptres en régime ductile .....	95
2.2.4. Le polissage souple .....	97
2.2.5. Le polissage magnéto-rhéologique avec différents fluides .....	99
2.2.5.a. Rugosité et aspect des dioptres en fluorine après finition MRF avec un fluide diamant OD .....	99
2.2.5.b. Forme, rugosité et aspect des dioptres en fluorine après finition MRF avec un fluide à l'oxyde de cérium C10 .....	100
2.2.5.c. Conclusion des essais de polissage MRF.....	101
2.3. Bilan des essais sur la fluorine orientée .....	102
3. Conclusion .....	104
<b>Chapitre IV : Analyses et traitements d'images à l'échelle nanométrique .....</b>	<b>107</b>
1. Extraction des données expérimentales .....	107
1.1. Les figures de pôles .....	108
1.1.1. Méthode d'analyse des surfaces à explorer .....	109
1.1.2. Projection stéréographique .....	110
1.1.3. Principe de la méthode .....	111
1.2. Traitement du bruit.....	112
1.2.1. Filtrage et convolution.....	114
1.2.2. Les bruits de fond et du matériau .....	116
1.2.3. Les effets de moiré .....	121
1.3. L'orientation et la quantification des pôles .....	123
1.3.1. La rotation automatique.....	124
1.3.2. Le pôle équivalent .....	126
1.3.3. Détermination des paramètres géométriques.....	127

1.4. Conclusion.....	129
2. Effets instrumentaux .....	130
2.1. Correction des effets instrumentaux.....	130
2.1.1. Montage expérimental.....	130
2.1.2. L'ensemble des effets instrumentaux .....	131
2.1.2.a. Le signal initial.....	131
2.1.2.b. La largeur de la fente de réception.....	137
2.1.2.c. La longueur de la fente de réception .....	138
2.1.2.d. Le défaut de parallélisme de l'échantillon .....	141
2.1.2.e. L'absorption des rayons X par l'échantillon .....	141
2.1.2.f. L'expression de l'intensité relative de la diffraction .....	143
2.1.2.g. La cible des rayons X.....	147
2.1.2.h. L'inclinaison de l'échantillon .....	148
2.1.2.i. La divergence du faisceau incident.....	149
2.1.3. Convolution des effets et retour au pic de diffraction de l'échantillon .....	150
2.2. Conclusion.....	153
3. Conclusion du chapitre .....	153
<b>Chapitre V : Analyse microstructurale et comparaison des données expérimentales issues de la seconde campagne d'usinages .....</b>	<b>155</b>
1. Mesure des désorientations cristallographiques.....	155
2. Mesure du degré de finition .....	158
2.1. Représentation du degré de finition en fonction des paramètres expérimentaux.....	160
2.2. Méthode des moindres carrés sur la position des points .....	162
2.2.1. Résolution par dichotomie .....	164
2.2.2. Résultats des premières analyses.....	166
2.3. Méthode des aires.....	176
2.3.1. Explication de la méthode des sécantes .....	178
2.3.2. Résultats des secondes analyses .....	179
3. Interprétation des résultats .....	190
3.1. Bilan des deux méthodes de calcul du degré de finition .....	190
3.2. Approximation linéaire des données expérimentales.....	192
3.3. Analyse du degré de finition des échantillons polis au fluide MRF .....	199
4. Conclusion .....	202
<b>Conclusion.....</b>	<b>205</b>
1. Contexte de la thèse .....	205
2. Résultats.....	205
3. Conclusion et perspectives.....	207
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>209</b>
<b>Annexe I .....</b>	<b>221</b>
1. Les matériaux cristallins .....	221
1.1. Les principaux matériaux cristallins utilisés et leur domaine d'utilisation.....	221
1.2. Caractéristiques optiques et mécaniques des divers matériaux utilisés en optique de précision .....	221
2. Caractéristiques chimiques, mécaniques et optiques de la fluorine.....	224
2.1. Structure de la maille .....	224



2.2. Caractéristiques mécaniques .....	226
2.3. Détermination de la constringence de la fluorine à partir de quelques indices de réfraction particuliers .....	226
3. L'ébauchage et le doucissage .....	227
4. La machine de microrectification <i>Nanoform 600</i> .....	229
5. Le polissage souple sur une machine à commande numérique.....	235
6. La finition magnéto-rhéologique sur la machine Q22 .....	239
7. Le tournage diamant sur la <i>Nanoform 600</i> .....	249
8. Certificat de qualité d'un outil diamant .....	252
<b>Annexe II.....</b>	<b>253</b>
1. Mesures par contact .....	253
1.1. Mesures linéiques avec du profilomètre mécanique <i>Form Talysurf Series 2</i> .....	253
1.2. Mesures de rugosité et d'aspect de surface au moyen de l'AFM.....	258
2. Mesures interférométriques de surface .....	260
2.1. Mesures surfaciques de forme avec l'interféromètre <i>Wyko RTI 6100</i> .....	260
2.2. Mesures de surfaces asphériques par interférométrie.....	265
2.3. Mesures surfaciques de rugosité au rugosimètre optique <i>New View 5020</i> .....	267
3. Mesures de formes asphériques par déflectométrie .....	269
4. Les compensations et les corrections de rayon .....	274
<b>Annexe III .....</b>	<b>277</b>
1. Caractéristiques de la première campagne d'usinages .....	277
1.1. Dioptres polis de manière conventionnelle .....	277
1.2. Premier procédé d'usinage des disques de fluorine .....	277
1.2.1. La microrectification en régime cassant.....	277
1.2.2. La microrectification en régime ductile .....	279
1.2.3. Le polissage souple .....	281
1.2.4. La finition magnéto-rhéologique avec un fluide diamant .....	282
1.3. Second procédé d'usinage des disques de fluorine .....	284
1.4. La diffraction des rayons X .....	285
1.5. Analyses cristallographiques par figures de pôles des lentilles.....	288
2. Géométrie de la lentille biconvexe .....	303
3. Optiques de référence sur l'interféromètre <i>Wyko RTI 6100</i> .....	303
4. Caractéristiques de la seconde campagne d'usinages .....	305
4.1. Disques bruts.....	305
4.2. Ebauchage et doucissage des dioptres sphériques.....	306
4.3. Polissage des dioptres sur une machine CN.....	311
4.4. Tournage à l'outil diamant .....	314
4.5. Microrectification en régime ductile .....	316
4.6. Polissage souple .....	318
5. Polissage magnéto-rhéologique avec différents fluides .....	320
5.1. Caractéristiques d'abrasion des différents fluides de polissage MRF.....	320
5.2. Essais de polissage sur des lentilles en fluorine non orientée .....	324
<b>Annexe IV.....</b>	<b>327</b>
1. Anticathodes et filtres d'absorption de la raie $K_{\beta}$ .....	327
2. Fiches de la fluorine du Joint Commitee on Powder Diffraction Standards.....	328
3. Facteurs de diffusion atomique et facteur de structure .....	330

3.1. Le facteur de diffusion atomique simple $f_s$ .....	330
3.2. Le facteur de diffusion atomique complexe $f_c$ .....	332
3.3. Le facteur de température $f_t$ .....	333
3.4. Le facteur de structure $F$ .....	334
4. Comparaison des différentes valeurs des facteurs de diffusion atomique obtenues à partir des tables et calculées.....	337
4.1. Valeurs du facteur de diffusion atomique simple $f_s$ d'après différentes origines dans le cas de l'ion fluor.....	337
4.2. Valeurs du facteur de diffusion atomique simple $f_s$ d'après différentes origines dans le cas de l'ion calcium.....	341
5. Les différents effets instrumentaux calculés pour 5 orientations cristallographiques particulières.....	344
5.1. Domaine de variation des divers paramètres.....	344
5.2. Les différents effets instrumentaux calculés avec les valeurs optimales des paramètres de simulation.....	345
5.3. Les différents effets instrumentaux calculés avec les valeurs intermédiaires des paramètres de simulation.....	354
5.4. Les différents effets instrumentaux calculés avec les valeurs les moins performantes des paramètres de simulation.....	362
<b>Annexe V.....</b>	<b>371</b>
1. Figures de pôles des différents échantillons.....	371
1.1. Procédé de tournage à l'outil diamant.....	371
1.1.1. Disques bruts.....	371
1.1.2. Lentilles ébauchées et doucies sur une machine CN.....	373
1.1.3. Lentilles après tournage diamant.....	374
1.1.4. Lentilles après finition diamant.....	375
1.2. Procédé de microrectification.....	376
1.2.1. Disques bruts.....	376
1.2.2. Lentilles ébauchées et doucies sur une machine CN.....	377
1.2.3. Lentilles après meulage fin.....	378
1.2.4. Lentilles après polissage souple.....	379
1.3. Procédé de polissage sur une machine CN.....	380
1.3.1. Disques bruts.....	380
1.3.2. Lentilles ébauchées et doucies sur une machine CN.....	381
1.3.3. Polissage sur une machine CN.....	382
2. Mesures de désorientation.....	383
3. Estimation du degré de finition.....	386
3.1. Disques bruts.....	386
3.2. Lentilles ébauchées et doucies sur une machine CN.....	388
3.3. Lentilles polies sur une machine CN.....	390
3.4. Lentilles après meulage fin.....	391
3.5. Lentilles après polissage souple.....	392
3.6. Lentilles après tournage diamant.....	393
3.7. Lentilles après finition diamant.....	394
4. Mesure des paramètres microstructuraux et approximation des profils des pôles.....	396
4.1. Approximation par une fonction gaussienne.....	397
4.2. Approximation par une fonction lorentzienne.....	400
4.3. Approximation par une fonction de Voigt.....	404

## Sommaire

4.4. Approximation par une pseudo-fonction de Voigt.....	405
4.5. Approximation par une fonction de Pearson type VII.....	406
<b>Index des figures.....</b>	<b>409</b>
<b>Index des tableaux.....</b>	<b>419</b>
<b>Index des graphiques .....</b>	<b>431</b>
<b>Index des équations .....</b>	<b>439</b>
<b>Index des théorèmes .....</b>	<b>443</b>

## Introduction

Cette thèse, réalisée avec l'*Ecole Nationale Supérieure des Mines* de Saint-Etienne, s'est développée en partenariat avec l'entreprise *Thalès-Angénieux* située à Saint-Héand, au sein d'un atelier spécifique à la production de lentilles asphériques, lequel accueillait la plateforme « surfaces asphériques de haute précision » du *Pôle Optique Rhône-Alpes*, pourvue de différentes machines de production et de contrôle.

La société *Thalès-Angénieux* est un acteur majeur dans le domaine des optiques à hautes performances : ses produits couvrent une large gamme de longueurs d'ondes, allant du visible jusqu'au domaine de l'infrarouge.

L'usinage de surfaces asphériques, désormais banalisé dans les gammes de longueurs d'ondes des infrarouges 3 à 5  $\mu\text{m}$  ou 8 à 12  $\mu\text{m}$ , permet de simplifier considérablement les combinaisons optiques des zooms. Le nombre de lentilles nécessaires à la correction des aberrations engendrées par les dioptries sphériques s'en trouve réduit et les architectures sont plus simples, plus compactes et, finalement, plus concurrentielles.

Le calcul et la fabrication de systèmes dédiés aux applications dans le domaine du visible ou dans celui des ultraviolets haut de gamme (masqueurs pour la microlithographie, zooms de cinéma ou de télévision...) sont généralement très délicats. La réalisation des surfaces asphériques pour ces basses longueurs d'ondes demande des précisions accrues, tant sur la forme que sur la rugosité. Les critères que doivent respecter les lentilles susceptibles d'être montées dans des zooms de caméras à usage professionnel sont particulièrement exigeants, non seulement du fait de la demande des professionnels du cinéma et de la télévision, mais aussi parce que ces systèmes optiques utilisent la lumière blanche. Les écarts entre la surface réelle et la surface théorique génèrent une baisse non négligeable de la qualité de l'image ; de surcroît, une rugosité excessive provoque une diffusion de la lumière inacceptable.

Les lentilles *Thalès-Angénieux* sont pour le domaine visible, soit en verre optique, soit en fluorine. La fluorine peut être travaillée de la même manière que le verre. Cependant, contrairement aux verres, la fluorine peut être également usinée par tournage à l'outil diamant.

Des dioptrés asphériques sont régulièrement fabriqués en germanium, en sulfure de zinc, en séléniure de zinc, et en fluorure de magnésium pour le domaine infrarouge par usinage diamant. Dans le cas de l'usinage de monocristaux, comme la fluorine, des défauts dus à différents phénomènes apparaissent sur les dioptrés et les causes principales semblent dépendre à la fois de la qualité et de l'orientation cristalline du cristal initial.

Pour atteindre une fiabilité industrielle, la réalisation de lentilles monocristallines nécessite de maîtriser simultanément la forme, l'état de surface, ainsi que l'homogénéité des propriétés physico-chimiques du matériau. Cette réalisation passe par la mise au point de méthodes de micro-usinage adaptées, associant la caractérisation fine et la quantification géométrique des matériaux monocristallins, ainsi que la modélisation du processus mécanique d'abrasion lors du micro-usinage.

Dans le domaine visible, des essais de fabrication de dioptrés asphériques en fluorine avaient été réalisés par différentes techniques à la fin des années 90. Cependant ils n'ont pas permis d'obtenir des dioptrés asphériques satisfaisants, principalement à cause des méthodes de réalisation limitées ; ils ont donc été abandonnés.

Le micro-usinage fait appel à différentes techniques : le meulage, le tournage et le polissage. La fabrication de dioptrés en fluorine, il y a encore peu de temps, ne comportait que des opérations de tournage à l'outil diamant (des essais de polissage classique avaient été réalisés sans succès), associées éventuellement à une opération de finition magnéto-rhéologique. Cependant, suite à d'importants problèmes de coupe qu'il n'a pas été possible de résoudre, les dioptrés asphériques en fluorine ont été réalisés selon un procédé de fabrication de dioptré en verre basé sur la microrectification.

La suite de ce mémoire de thèse s'articulera autour de deux points essentiels : nous parlerons, dans une première partie, des procédés de fabrication de lentilles asphériques en fluorine et des moyens de mesures standards associés conduisant à la réalisation de dioptrés de très haute qualité, mais aussi de la limitation des méthodes classiques de contrôle optique actuels, insuffisants pour expliquer certains types de défauts qui apparaissent lors des usinages. Dans la seconde grande partie, nous étudierons, par des moyens basés sur le traitement d'images et de données issues des mesures par diffraction des rayons X, la qualité de la structure cristallographique des dioptrés réalisés.

Ainsi, une méthode innovante de fabrication et de caractérisation de lentilles en fluorine a été développée, permettant une analyse fine des divers paramètres liés essentiellement à la matière. L'objectif scientifique de cette thèse est de remonter aux techniques et aux paramètres de fabrication et de les modifier en fonction des résultats obtenus. Le but industriel final consiste à développer un processus de fabrication rentable, fondé sur le tournage à l'outil diamant de lentilles de haute précision en fluorine possédant un dioptre asphérique pour des applications dans le domaine du visible et conforme aux critères de forme et de rugosité.

Afin de répondre aux besoins des différents marchés et de les anticiper, une nouvelle méthode d'usinage de lentilles à dioptres asphériques pour des applications optiques a été mise au point sur différents matériaux. Des données quantitatives seront obtenues à partir d'échantillons témoins en fluorure de calcium (fluorine) et réalisés par les procédés décrits précédemment, en s'appuyant sur les moyens de fabrication et de contrôle disponibles chez *Thalès-Angénieux* et au *Pôle Optique Rhône-Alpes* de Saint-Etienne. L'analyse sera effectuée pour différentes catégories de substrats monocristallins. La maîtrise de l'usinage du fluorure de calcium représente un atout significatif à cause de ses propriétés optiques.

Aux dispositifs de caractérisations fines, actuellement installés sur des appareillages d'analyse par diffraction des rayons X disponibles à l'*Ecole Nationale Supérieure des Mines*, viendront s'ajouter les méthodes et les outils décrits précédemment. La technique retenue est celle de l'analyse de surfaces par diffraction des rayons X. Un logiciel de traitement d'images en temps réel obtenues par cet appareillage est développé en parallèle. D'autres appareils d'analyse de surfaces seront utilisés en complément (des mesures par profilométrie optique ou mécanique, par interférométrie et par microscopie à force atomique).

Il conviendra alors à ce stade de définir, de mettre en place et d'appliquer des méthodes et d'utiliser des outils de caractérisation quantitative de la surface des lentilles monocristallines (de quelques nm au  $\mu\text{m}$ ) au cours des différentes étapes de réalisation des dioptres par traitement d'images issues de dispositifs d'imagerie non destructive. Ainsi, un modèle fonctionnel du processus d'enlèvement de matière permettra d'ajuster les paramètres d'usinage à la fois aux caractérisations tridimensionnelles et au matériau de la lentille. Ces paramètres sont multiples et dépendent, bien sûr, de la technologie retenue. Ce modèle vise à aider l'industriel à adapter au mieux ses paramètres d'usinage.



# **Chapitre I : Les dioptries asphériques et leurs méthodes de fabrication en optique de précision**

Ce premier chapitre est consacré à la présentation des surfaces dites asphériques, aux propriétés des dioptries étudiés au cours de cette thèse ainsi qu'aux divers matériaux susceptibles de les composer, utilisés dans les systèmes optiques afin de guider les faisceaux lumineux. Les matériaux décrits ici peuvent être utilisés aussi bien pour la fabrication traditionnelle de lentilles sphériques ou planes que pour la réalisation de lentilles possédant un dioptrie asphérique.

## **1. Généralités sur les surfaces asphériques et leur réalisation**

La société *Thalès-Angénieux* est spécialisée dans la conception et la réalisation de systèmes optiques complexes (objectifs de caméras professionnelles, jumelles, systèmes de visée). Jusqu'à présent, ces systèmes comportaient essentiellement des lentilles à surfaces planes ou sphériques. L'inconvénient des lentilles sphériques est qu'elles génèrent des aberrations géométriques. Les surfaces asphériques sont plus intéressantes, car elles permettent de corriger certaines d'entre elles.

### **1.1. Historique**

Les surfaces asphériques sont connues depuis le début du XX<sup>ème</sup> siècle. Cependant cette connaissance des dioptries asphériques est longtemps restée théorique, car on ne savait pas les fabriquer de manière satisfaisante.

Dans un premier temps, les dioptries asphériques sont apparus dans les instruments qui utilisent les ondes infrarouges. L'émergence de dioptries asphériques dans ce domaine est due à deux facteurs : d'une part, il est possible d'usiner par tournage certaines matières transparentes aux rayons infrarouges (Ge, ZnS, ZnSe) en utilisant les mêmes techniques que celles employées pour usiner la plupart des métaux ; d'autre part, le développement de machines à commande numérique de grande précision a permis de réaliser des formes de plus en plus complexes et précises. C'est actuellement la raison pour laquelle les dioptries asphériques sont courants dans les systèmes optiques utilisant le rayonnement infrarouge.



Peu à peu, les dioptries asphériques ont commencé à équiper certains systèmes optiques fonctionnant dans les longueurs d'ondes du visible. Dans le domaine de la photographie, les objectifs et zooms des appareils photographiques ont inclus de plus en plus de lentilles asphériques en polymère afin de devenir accessibles pour le grand public. Ces lentilles sont réalisées par moulage car ce procédé permet d'obtenir avec une relative facilité des lentilles possédant un dioptrie asphérique. Les dioptries ont une tolérance de quelques micromètres sur la forme, ce qui est compatible avec leur utilisation dans les objectifs photographiques destinés au grand public. Ceci est particulièrement vrai pour les appareils jetables. Une telle méthode de fabrication est rentable pour la réalisation de lentilles asphériques en grande série afin d'amortir le coût du moule qui est lui-même réalisé en usinage de grande précision.

Depuis plusieurs années, des dioptries asphériques en verre sont également commercialisés. Les lentilles sont préformées, puis pressées à chaud. Il y a peu de temps encore, en 1999, cette technique présentait certaines limites. Tout d'abord en terme de forme : la précision obtenue était meilleure sur les lentilles biconvexes (défaut de forme  $< 0.25 \mu\text{m}$ , appelé aussi PV pour Peak-to-Valley) que sur les lentilles en forme de ménisque ( $\text{PV} < 1 \mu\text{m}$ ) ; ensuite, seuls quelques matériaux pouvaient être employés avec cette méthode. Il n'était en outre pas possible de fabriquer des lentilles de diamètre supérieur à 35 mm et dont l'épaisseur au bord est très différente de celle du centre.

Cette technique a été ensuite affinée et de nouveaux types de verres peuvent être employés avec ce procédé. Depuis 2002, la précision sur la forme est légèrement meilleure, mais surtout cette méthode permet de réaliser des lentilles ayant un diamètre de 80 mm et ce, pour un très grand nombre de matériaux.

Les dioptries asphériques (lentilles moulées en polymère) sont très employés <sup>[1]</sup> dans les rétroprojecteurs ou les appareils permettant de visionner les diapositives. Ils ont fait leur apparition dans d'autres domaines tels que l'automobile (optique de phare, rétroviseur ...), l'ophtalmologie (verres de lunettes, lentilles de contact) et l'optoélectronique.

En ce qui concerne les zooms *Thalès-Angénieux*, les asphériques évoluent. Notamment le paramètre d'asphéricité de ces dioptries est en croissance constante. Il y a une vingtaine d'années, les dioptries asphériques qui étaient étudiés et dont le procédé de fabrication était développé, avaient une asphéricité de quelques micromètres. A la fin des années quatre-vingt-dix, l'asphéricité des dioptries utilisés dans les systèmes optiques était de plusieurs dizaines de

micromètres. Aujourd'hui, les ingénieurs opticiens souhaitent pouvoir intégrer dans leurs systèmes optiques des dioptries asphériques dont l'asphéricité serait de plusieurs centaines de micromètres.

## 1.2. Intérêt des surfaces asphériques

Ces surfaces sont intéressantes car elles permettent de corriger les aberrations géométriques que produisent les dioptries sphériques (par exemple l'aberration sphérique : la position du plan focal d'une lentille dépend de l'endroit où le rayon lumineux entre dans la lentille). Bien qu'il soit possible de corriger ces aberrations en combinant différents dioptries sphériques, l'avantage majeur à utiliser des dioptries asphériques est de pouvoir donner la même correction avec un nombre moindre d'éléments (*Figure I.1*).



Figure I.1 : comparaison entre l'image déformée d'un texte à travers une lentille sphérique (à gauche) et celle, intacte, obtenue à travers une lentille asphérique (à droite).

Une solution permettant de résoudre ce problème est en effet d'utiliser plusieurs lentilles, en variant leur rayon et leur matière, afin que les défauts engendrés par chacune d'elles s'annulent. C'est une des solutions actuellement utilisées, mais une autre méthode consiste à employer des lentilles dont une ou deux surfaces ne sont pas sphériques. Elles sont logiquement appelées asphériques. Ce type de lentilles permet de corriger de nombreuses aberrations.

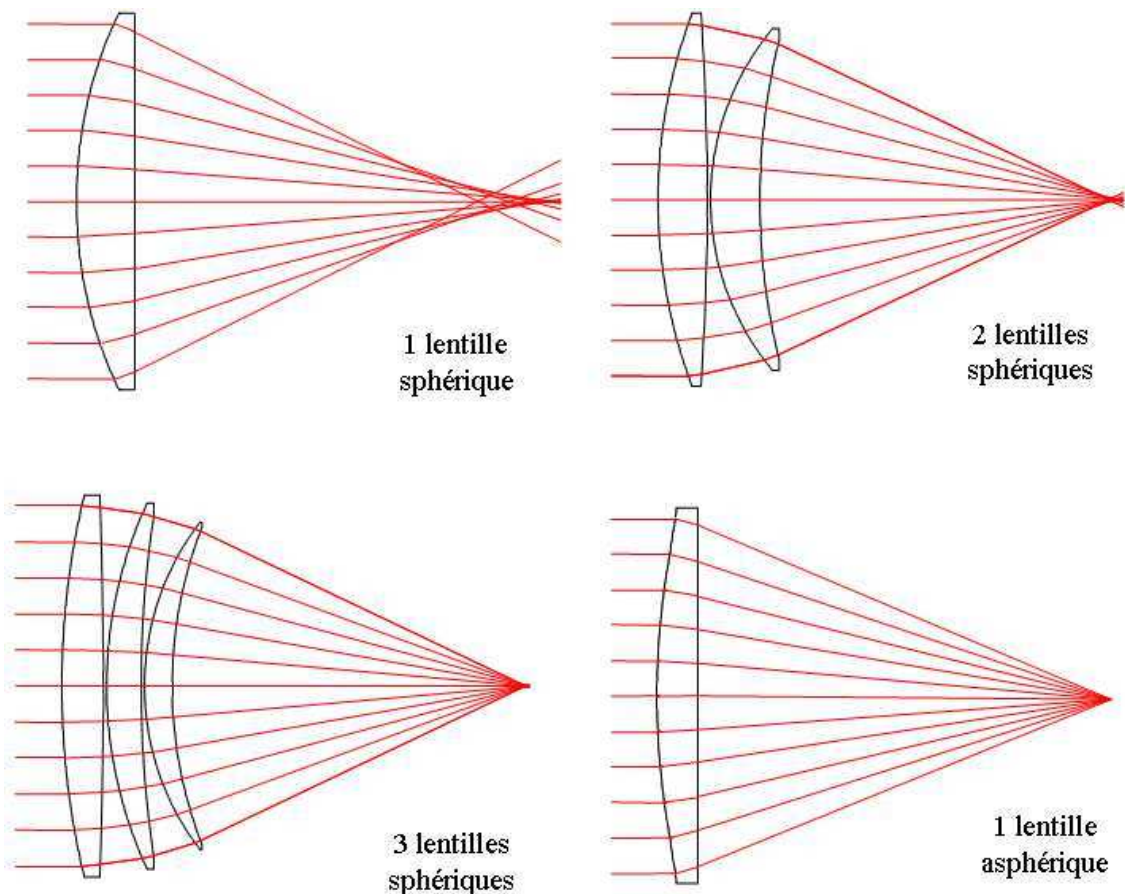


Figure I.2 : intérêt d'une surface asphérique par rapport à une ou plusieurs surfaces sphériques afin de limiter l'encombrement dans un système optique.

Grâce aux lentilles asphériques, il est possible d'améliorer les performances optiques ou de diminuer le poids et l'encombrement (parfois de faire les deux à la fois) des systèmes optiques (Figure I.2).

### 1.3. Définition d'une asphérique

Une surface asphérique est définie par de nombreux paramètres, ce qui permet d'obtenir une surface ayant la forme adéquate pour compenser les défauts que génèrent les autres dioptries. Les surfaces asphériques sont de deux types : les premières sont les surfaces toriques à génératrice asphérique, engendrées par la rotation d'une surface asphérique autour d'un axe ne passant pas par cette courbe ; les secondes, qui nous intéressent davantage dans la conception d'objectifs à focale variable et sur lesquelles porte la totalité de cette thèse, sont des surfaces de révolution, engendrées par la rotation d'une courbe asphérique autour de l'axe de symétrie de cette courbe. Seul ce dernier type de surface est utilisé pour concevoir des objectifs à focale variable chez *Thalès-Angénieux*. Par conséquent, dans toute la suite de cette

étude, il ne sera plus question que des surfaces asphériques de révolution et l'expression « surface asphérique » y fera automatiquement référence.

Les surfaces asphériques concernées étant de révolution, elles sont donc définies par une de leur méridienne (*Équation I.1*). Dans un repère orthogonal (O,y,z) où l'axe (Oz) est l'axe de révolution, qui est également l'axe optique de la lentille (*Graphique I.1*), l'équation de cette méridienne est :

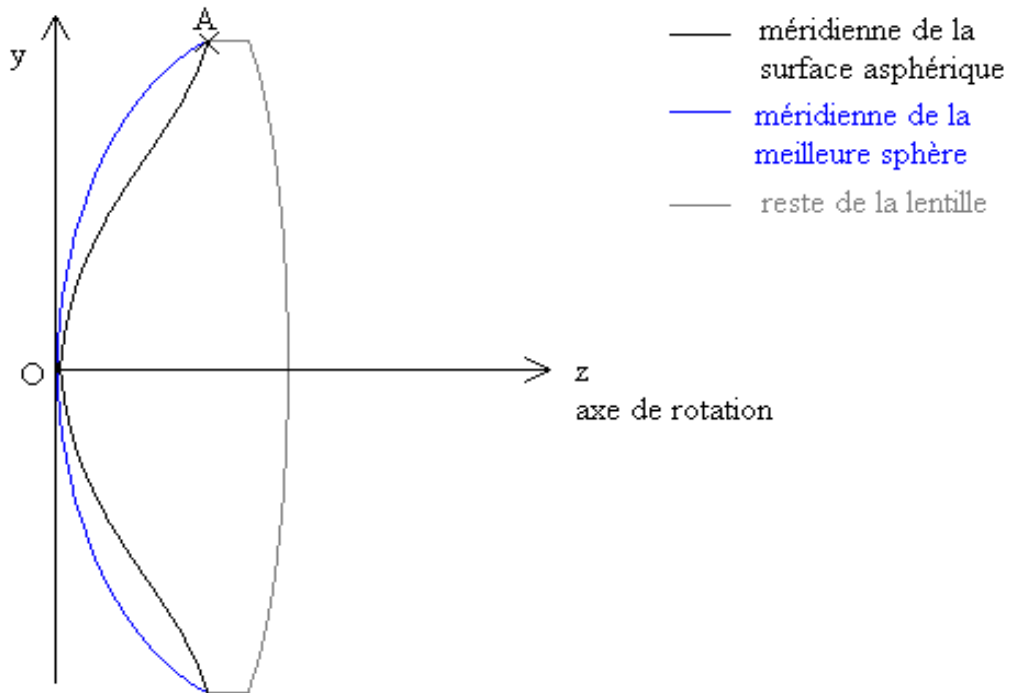
$$z(y) = \frac{y^2}{R \times \left( 1 + \sqrt{1 - (1+k) \times \left( \frac{y^2}{R^2} \right)} \right)} + \sum_{i=2}^n A_{2i} \times y^{2i}$$

*Équation I.1*

Les paramètres  $z$ ,  $k$ ,  $R$ ,  $y$ ,  $n$  et les  $A_{2i}$  sont définis de la sorte :

- $y$  est la distance séparant le point considéré de la méridienne de l'axe de révolution de la surface asphérique.
- $z$  est appelé la flèche.
- $R$  est le rayon osculateur de l'asphérique. Il correspond au rayon de courbure au niveau de l'axe de révolution de l'asphérique.
- $A_{2i}$  sont des constantes réelles.
- $n$  est un entier naturel. Il vaut généralement 3 ou 4.
- $k$  est appelé coefficient de conicité.

La notion de meilleure sphère est utilisée couramment lors de la réalisation de surfaces asphériques. La meilleure sphère d'un asphérique est tangente au centre de l'asphérique et sécante sur le diamètre utile du dioptré (en A sur le Graphique I.1). Le rayon de la meilleure sphère est différent du rayon osculateur  $R$ . Il existe d'autres définitions qui ne correspondent pas aux lentilles utilisées chez *Thalès-Angénieux*. Par exemple, la meilleure sphère peut être celle qui minimise l'espace entre elle et l'asphérique. Quant au terme d'asphéricité, c'est l'écart maximum entre la surface asphérique et sa meilleure sphère parallèlement à l'axe (Oz). Cette grandeur est de plus en plus importante, certaines lentilles présentant des asphéricités de quelques millimètres.



Graphique I.1 : schéma d'une lentille possédant un dioptre asphérique et un dioptre sphérique convexe.

Un dioptre asphérique convexe est un dioptre qui forme globalement une « bosse » par rapport à la lentille. Il existe aussi des dioptres asphériques concaves. Durant toute cette thèse, il sera uniquement question de dioptres asphériques convexes. Il est en outre possible de faire une distinction entre différents dioptres asphériques convexes en fonction de la position de la surface asphérique par rapport à la surface de leur meilleure sphère. Celle-ci peut se trouver au-dessus de la surface asphérique. Dans ce cas, ces dioptres sont appelés asphériques en forme de « chapeau de gendarme ».

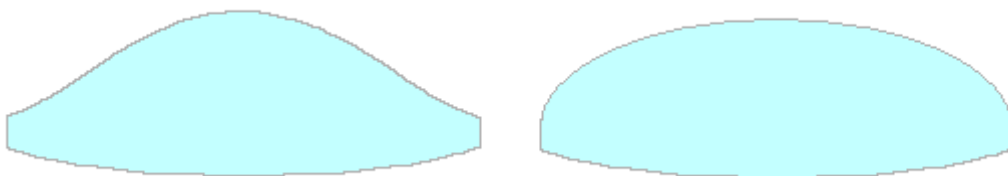


Figure I.3 : deux exemples de surfaces asphériques, en « chapeau de gendarme » (à gauche) et en « bosse » (à droite).

La surface de la meilleure sphère peut également se situer sous la surface asphérique. Ce type de surface est qualifié de surface asphérique « en bosse » (Figure I.3).

## 2. Les matériaux utilisés pour la réalisation de lentilles

Il existe de nombreux matériaux utilisés en optique de précision susceptibles d'être employés pour réaliser des lentilles, chacun ayant des particularités bien précises et des domaines d'application très différents [2]. L'utilisation de telle ou telle matière répond à un besoin particulier.

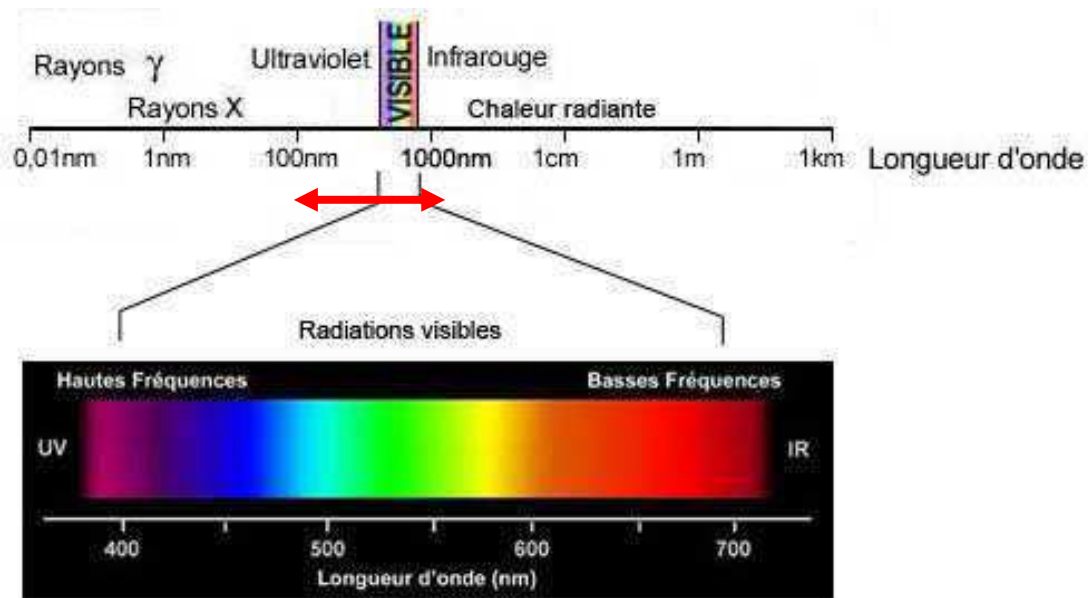


Figure I.4 : plage d'application des lentilles réalisées dans le domaine des UV, du visible et des infrarouges (flèche rouge).

L'utilisation de lentilles dans ces différentes matières correspond à une nécessité en terme de bande passante (Figure I.4). Généralement nous travaillons dans le domaine du visible ( $400 \text{ nm} \leq \lambda \leq 700 \text{ nm}$ ), mais aussi des ultraviolets ( $100 \text{ nm} \leq \lambda \leq 400 \text{ nm}$ ), des infrarouges proches ( $700 \text{ nm} \leq \lambda \leq 1600 \text{ nm}$ ) et des infrarouges thermiques ( $3 \mu\text{m} \leq \lambda \leq 5 \mu\text{m}$  et  $8 \mu\text{m} \leq \lambda \leq 12 \mu\text{m}$ ).

La première distinction à faire est de savoir dans quel domaine de longueurs d'ondes les divers matériaux sont transparents. Il est possible de les classer en trois catégories :

- Les matériaux transparents aux rayonnements ultraviolets : la silice, la fluorine...
- Les matériaux transparents à la lumière blanche : les verres, les polymères...

- Les matériaux transparents aux rayonnements infrarouges : le germanium, le silicium, le sélénure de zinc...

Certaines matières ont la particularité d'avoir un large spectre d'utilisation et peuvent être transparentes dans un ou plusieurs domaine(s) de longueurs d'ondes. La fluorine, par exemple, a des propriétés remarquables, car elle peut être utilisée avec des rayonnements de longueurs d'ondes comprises entre 200 nm et 9.4  $\mu\text{m}$ . Nous nous intéresserons plus particulièrement au domaine visible. L'intervalle de longueurs d'ondes de ce domaine est compris entre 400 nm et 700 nm. Pour cet intervalle particulier, il existe essentiellement trois types de matériaux :

- Les verres optiques.
- Les polymères.
- La fluorine.

Nous aborderons aussi brièvement le cas d'autres matériaux cristallins tels que : le fluorure de magnésium ( $\text{MgF}_2$ ), le germanium (Ge), le sulfure de zinc ( $\text{ZnS}$ ), le sélénure de zinc ( $\text{ZnSe}$ ) et le saphir ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

## 2.1. Les verres

De nombreux types de verres sont employés chez *Thalès-Angénieux*. Ils sont fournis par des fabricants spécialisés. La composition exacte de ces verres n'est pas divulguée, cependant ils contiennent tous de la silice avec des taux variant de 60% à 70%. A cela s'ajoutent des éléments qui confèrent aux verres leurs propriétés optiques et physiques. Ils peuvent être classifiés en deux catégories : les verres de type « crown » contenant du baryum ou du bore (10 %) et les verres de type « flint » contenant du plomb (30%). Ces derniers sont tous progressivement remplacés par des verres ne contenant plus du tout ou que très peu de plomb en raison de nouvelles réglementations.

Les verres sont des matériaux amorphes, par opposition aux monocristaux utilisés en optique de précision (*Figure I.5*).

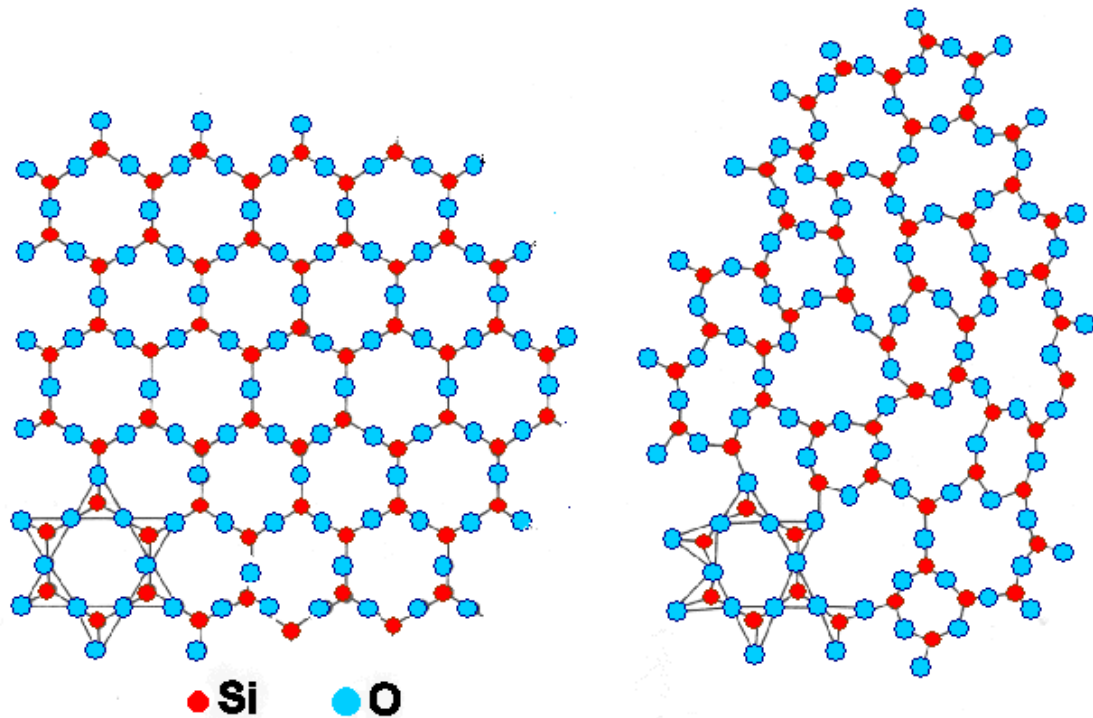


Figure 1.5 : structure cristalline du quartz (à gauche) et amorphe du verre (à droite).

Ce sont les matériaux les plus employés dans l'entreprise *Thalès-Angénieux*. Ils sont fabriqués par des verriers spécialisés (*Ohara Optical Glass, Schott, Hoya...*). Pour chaque type de verre, les fabricants fournissent à leurs clients une fiche technique comportant un grand nombre d'informations sur les propriétés physiques, optiques, mécaniques, chimiques et sur la qualité du matériau. Les verriers ajoutent à la silice « les fondants », des éléments qui modifient les propriétés optiques du verre, mais aussi ses caractéristiques physiques : du plomb, du bore, du baryum, des oxydes de calcium, de sodium, de potassium, de baryum et de magnésium. Il peut y avoir également des traces d'arsenic et d'antimoine.

## 2.2. Les polymères

Il est nécessaire de mentionner les polymères (PMMA, polycarbonate ...) qui sont très utilisés dans le domaine de l'optique. Cependant, très peu de produits conçus chez *Thalès-Angénieux* contiennent des lentilles en matériaux plastiques, et ceci pour des raisons de stabilité et d'homogénéité de l'indice de réfraction, ainsi que de fluctuations de sa géométrie au cours du temps.

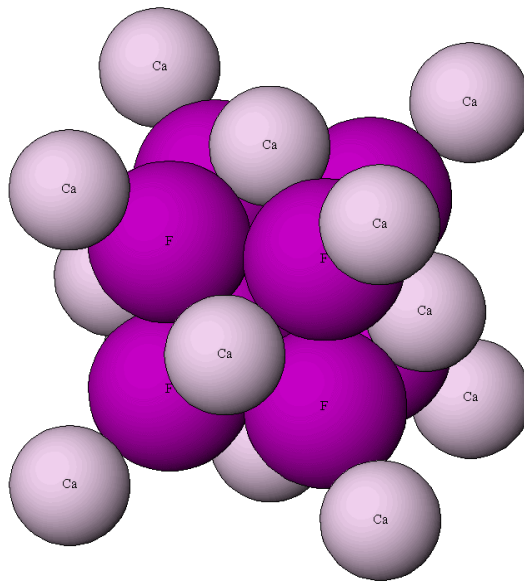


### 2.3. Les cristaux de $MgF_2$ , Ge, Si, ZnS, ZnSe, $Al_2O_3$

Il est utile de mentionner certains matériaux cristallins (*Annexe I, §1.1*). Nombre d'entre eux sont utilisés en optique de précision et sont destinés aussi bien à la réalisation de lentilles (germanium, silicium, sulfure et sélénure de zinc, saphir) que de miroirs (fluorure de magnésium) <sup>[2], [3], [4], [5]</sup>. Les nouveaux procédés de fabrication appliqués à ces monocristaux sont déjà connus et ont prouvé leur efficacité depuis longtemps, contrairement à la fluorine qui fera l'objet du paragraphe suivant. Quelques unes de leurs propriétés optiques et mécaniques sont mentionnées en annexe (*Annexe I, §1.2*).

### 2.4. Un cristal particulier : le fluorure de calcium

Nous nous intéresserons particulièrement à ce matériau du fait de ses propriétés optiques particulières <sup>[6]</sup>. Le fluorure de calcium appelé plus couramment fluorine (de symbole chimique  $CaF_2$ ) est un monocristal (*Figure I.6*). C'est, de plus, un cristal incolore, inodore dans sa forme pure.

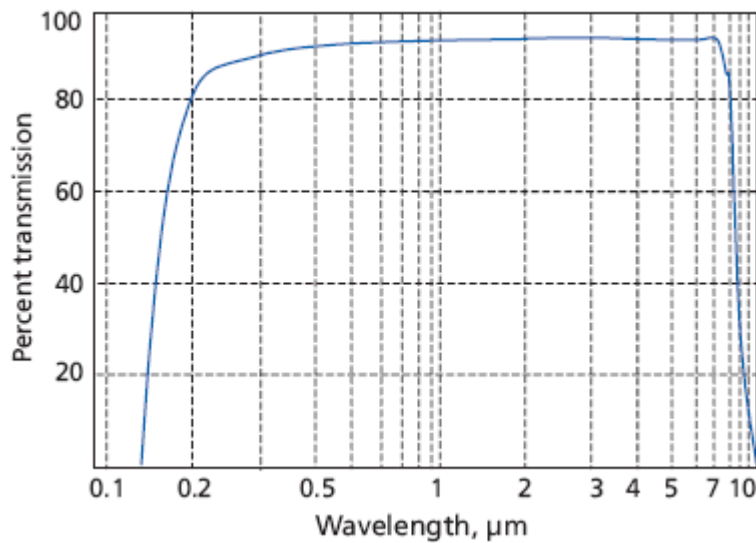


*Figure I.6 : structure cristalline cubique à faces centrées de la fluorine.*

Quelques propriétés cristallographiques <sup>[7]</sup>, optiques et mécaniques de la fluorine sont également présentées en annexe (*Annexe I, §2.1 à §2.2*).

La fluorine possède une large bande de transmission, de 200 nm à 9.5  $\mu m$  (*Graphique I.2*). Cela permet donc de travailler aussi bien dans le domaine du visible qu'avec les

rayonnements infrarouges ou ultraviolets [8], [9], [10]. Son indice de réfraction varie de 1.495 à 1.369 le long de cette bande de transmission.



Graphique 1.2 : bande de transmission de la fluorine pour un échantillon de 10 mm d'épaisseur.<sup>[2]</sup>

Les lentilles des zooms conçues chez *Thalès-Angénieux* sont fabriquées dans divers matériaux choisis en fonction de leurs caractéristiques optiques. La fluorine est un matériau relativement utilisé pour ses propriétés optiques : en effet, elle permet de réduire le spectre secondaire lorsqu'elle est associée à n'importe quel verre optique courant dans le domaine du visible étendu (0.35 à 1.45  $\mu\text{m}$ ). De plus, elle présente une constringence, appelée aussi nombre d'Abbe (*Annexe I*, §2.4), qui caractérise la dispersion, très élevée. Ces deux propriétés sont très intéressantes pour corriger les aberrations chromatiques. Cependant, l'inconvénient de la fluorine est d'avoir un indice très faible, ce qui favorise les aberrations sphériques. Un des moyens les plus efficaces pour éviter celles-ci est de réaliser sur ce type de lentille un dioptré asphérique.

### 3. Méthode de fabrication de dioptrés en fluorine

Chaque dioptré d'un système optique est défini théoriquement lors de sa conception. Durant cette phase, les ingénieurs opticiens définissent également les tolérances géométriques de chaque dioptré, c'est-à-dire qu'ils donnent les valeurs maximales des défauts géométriques des dioptrés par rapport à leur forme théorique. Ce sont ces tolérances qui vont être utilisées lors de la fabrication et qui seront abordées plus en détail dans le prochain chapitre (*Chapitre II*, §2). Les défauts des dioptrés par rapport à leur forme théorique sont classés conventionnellement en deux catégories :

- Les défauts macroscopiques : ce sont des défauts qui traduisent l'écart existant entre la forme réelle du dioptré et sa forme théorique.
- Les défauts microscopiques : ces défauts concernent la rugosité de la surface.

Des lentilles asphériques sont couramment réalisées et intégrées dans de nombreux produits. Le travail sur leur réalisation est scindé en plusieurs approches différentes. Cependant, celle qui nous intéresse est plus adaptée à un matériau cristallin particulier : la fluorine. Dans l'atelier d'optique de *Thalès-Angénieux*, la fluorine est travaillée de la même façon que les verres optiques (ébauchage, doucissage, polissage traditionnel) <sup>[11]</sup>, <sup>[12]</sup>. Ce matériau présente néanmoins une différence majeure par rapport aux verres optiques, du fait qu'il est facilement usinable par tournage avec un outil diamant, ce qui n'est pas le cas des verres <sup>[13]</sup>. Cette propriété de la fluorine est très intéressante, car d'après l'expérience que nous possédons sur d'autres cristaux, il est possible d'obtenir un dioptré dont la forme et la rugosité sont équivalentes, ou en tout cas très proches de celles exigées sur le dioptré fini et cela en une seule phase de fabrication.

Le point suivant est divisé en plusieurs parties. Dans un premier temps est présentée une étape commune de préparation à la réalisation de dioptries sphériques ou asphériques; puis, dans un second temps, la méthode d'obtention de dioptries asphériques qui découle des techniques de polissage sphérique traditionnelles sera exposée. Enfin, trois autres méthodes utilisant des machines-outils à commande numérique seront abordées. Des progrès importants ont été accomplis dans la construction de machines-outils de grande précision à coordonnées cartésiennes. Celles-là peuvent être employées pour la réalisation de composants optiques. En outre, il est possible d'employer différents outils pour usiner ces composants.

Les deux types d'outils sont les outils ponctuels de tournage diamant (appelés également SPDT pour Single Point Diamond Turning) et les meules diamant. Les opérations de tournage à l'outil diamant et de microrectification sont effectuées sur un tour à commande numérique <sup>[14]</sup> de grande précision : la *Nanoform 600* (*Figure I.7*). Cette machine est fabriquée par la société *Precitech*.



*Figure I.7 : tour de très grande précision Nanoform 600 de Precitech pour le tournage à l'outil diamant et la microrectification.*

Des machines de polissage asphérique à commande numérique ont été développées et commencent à être commercialisées par les constructeurs de machines-outils de précision ou spécialisés dans l'optique. C'est le cas d'une machine employant un nouveau procédé de polissage à base d'un fluide magnéto-rhéologique, procédé qui représente l'évolution la plus marquante dans le domaine du polissage optique depuis plusieurs siècles.

### **3.1. La préparation des lentilles avant polissage**

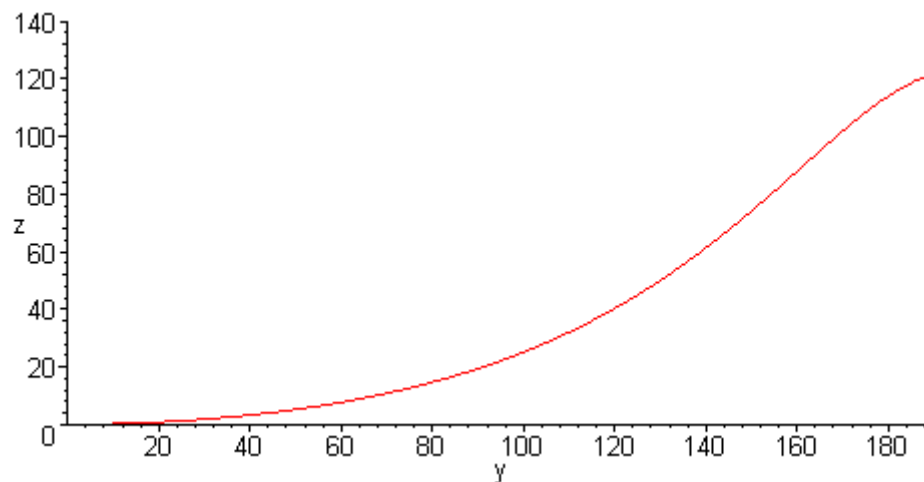
La fabrication de lentilles est divisée en trois grandes phases qui convergent toutes de plus en plus finement vers un même objectif : un dioptre poli et le plus proche possible de sa forme théorique :

- L'ébauchage.
- Le doucissage.
- Le polissage.

Un processus de fabrication de dioptries asphériques doit permettre de réaliser des lentilles comportant un dioptre asphérique et un dioptre sphérique. Les deux dioptries d'une même lentille doivent être en relation l'un avec l'autre. Cela signifie que pour une lentille dont les deux dioptries sont sphériques, le centre de sphère de chacun des dioptries doit être sur

l'axe de symétrie de la lentille. Dans le cas d'une lentille sphérique, une phase de fabrication appelée débordage, et réalisée après le polissage des deux dioptries, permet de positionner cet axe sur la droite définie par les centres des sphères représentant les deux surfaces et d'usiner le diamètre en référence.

Toutefois, ce type d'opération est plus délicat si l'un des deux dioptries est asphérique, car il définit alors à lui seul une direction. En effet, un dioptrie sphérique est défini par son rayon et le centre de la sphère contenant le dioptrie, alors qu'une surface asphérique est définie par un axe (son axe de rotation) et l'équation d'une de ses méridiennes (*Graphique I.3*).



*Graphique I.3 : représentation d'une demi-méridienne, génératrice d'une surface asphérique, calculée pour les paramètres  $k=0$ ,  $R=259.462$ ,  $A_4=4.694978.10^{-8}$ ,  $A_6=8.983703.10^{-14}$ ,  $A_8=4.157879.10^{-17}$  et  $A_{10}=-1.589387.10^{-21}$  (Équation I.1).*

Afin de positionner correctement les différents éléments de la lentille asphérique, la méthode la plus efficace est de réaliser complètement le dioptrie sphérique, puis de faire un débordage de la lentille, c'est-à-dire d'usiner le bord de la lentille, pour que le centre du dioptrie sphérique soit sur l'axe du cylindre contenant le bord de la lentille. Ainsi, lors de la réalisation du dioptrie asphérique, il est possible de placer, sur des machines de production, la lentille à l'aide de ces deux surfaces de référence, son bord et le dioptrie sphérique, de telle sorte que l'axe du dioptrie asphérique soit directement positionné de façon correcte par rapport aux autres éléments de la lentille. Les deux étapes suivantes sont réalisées sur la machine *SLG100-S2* de la société *Schneider* <sup>[15]</sup>. Elles peuvent toutes les deux s'apparenter à une opération de meulage, seule la géométrie de la meule change de celle utilisée habituellement pour des cycles de microrectification.

### 3.1.1. Le débordage

Le débordage est une opération de rectification. Lors de cette étape, la lentille est maintenue entre deux « listels » en laiton.

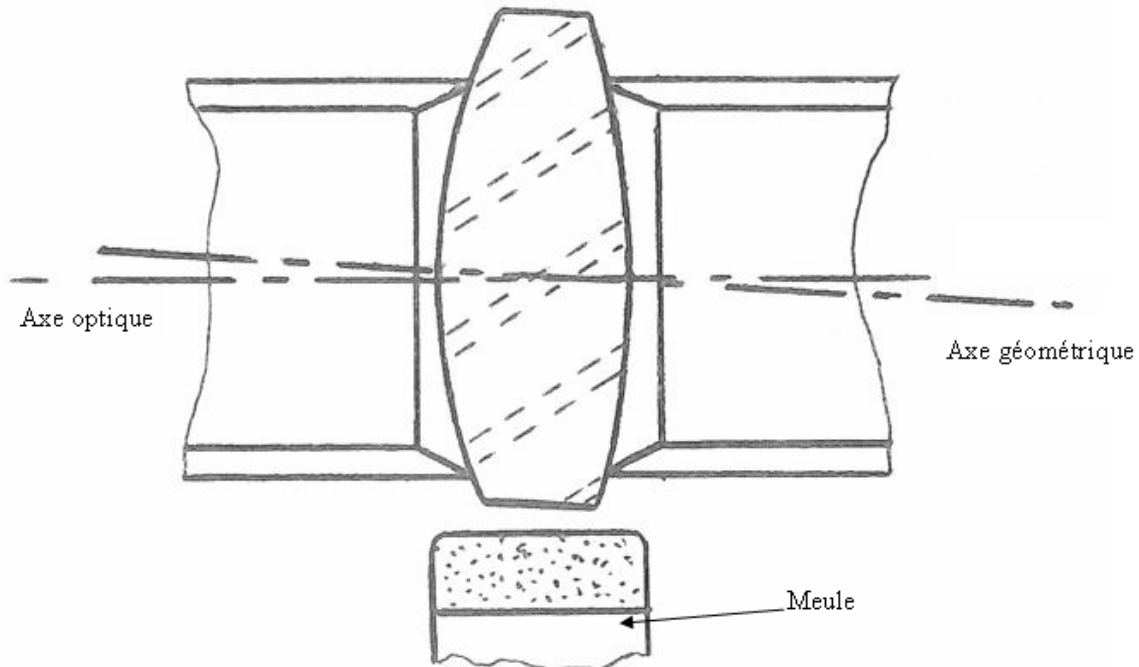


Figure I.8 : maintien d'une lentille lors d'une opération de débordage.

Cette phase consiste à venir retoucher les bords de la lentille à l'aide d'une meule, de façon à faire coïncider son axe optique et son axe géométrique (Figure I.8) et ce en vue du montage dans l'objectif.

### 3.1.2. L'ébauchage

A partir de disques achetés ou trépanés, la première étape, appelée ébauchage, donne aux pièces leur forme générale. Cette opération s'apparente à du meulage (Annexe I, §3).

L'ébauchage permet de donner à la pièce une certaine épaisseur et de réaliser la forme des dioptries dans le cas de dioptries sphériques ou plans (Figure I.9) ainsi que de façonner un dioptré à la meilleure sphère (Graphique I.1) dans le cas de dioptries asphériques. Cette opération consiste à enlever de façon importante et rapide de la matière.

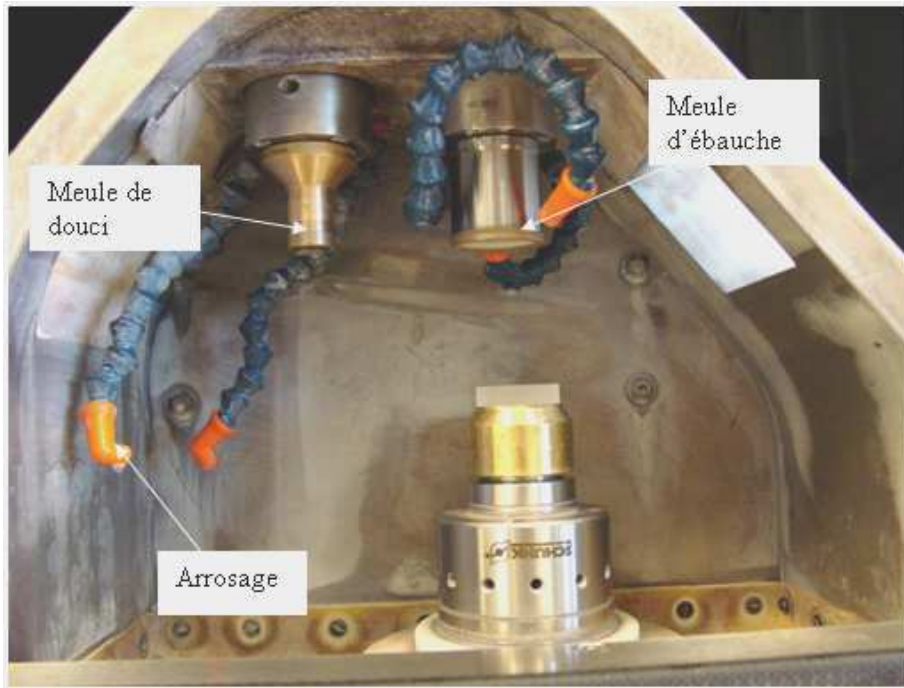


Figure 1.9 : ébauchage et doucissage d'un dioptré à l'aide de meules boisseaux dans la machine SLG100-S2 <sup>[15]</sup>.

De nombreux endommagements (appelés aussi SSD pour Sub-Surface Damages) surviennent au cours de cette opération dans la couche superficielle de la lentille. Cela se traduit par des défauts importants comme des arrachements, ce qui a pour conséquence une surface très accidentée, mais aussi par des fissures qui pénètrent à l'intérieur de la matière <sup>[16]</sup>, <sup>[17]</sup>. Il est nécessaire d'éliminer ultérieurement cette zone endommagée.

### 3.1.3. Le doucissage

L'objectif de l'étape de doucissage est d'éliminer les défauts survenus à l'étape précédente (arrachements, fissures) et de rapprocher encore plus la forme du dioptré de la forme théorique (*Annexe I, §3*). Le principe est le même qu'à l'étape précédente (*Figure 1.9*), seuls changent les paramètres de la meule et les vitesses d'avance. Après l'opération de doucissage, un dioptré est toujours translucide. Son état de surface a été amélioré.

## 3.2. La fabrication conventionnelle

Parmi les méthodes dites « traditionnelles » de polissage, adaptées à la réalisation de dioptrés asphériques, les principales sont :

- Les méthodes par déformation plastique (lames correctrices de Schmidt).
- Les méthodes de polissage à répartition non uniforme.

- Les méthodes de polissage souple.
- Les méthodes utilisant des machines à commandes numériques (polissage CN de dioptries sphériques et tournage diamant ou microrectification de dioptries asphériques).

Aucune des trois premières méthodes ne permet d'obtenir une bonne précision sur la forme du dioptrie. D'autres méthodes de fabrication qualifiées de non «traditionnelles» existent. Ce sont celles qui font appel à des moyens de réalisation autres que le meulage et le polissage par l'intermédiaire d'un abrasif ou que le tournage à l'outil diamant. Les principales méthodes qualifiées de non « traditionnelles » sont au nombre de cinq :

- L'usinage laser.
- L'usinage au jet d'eau.
- Le dépôt sous vide.
- L'érosion ionique.
- Le moulage ou pressage à chaud.

Ces méthodes ne seront pas abordées dans cette étude et sont citées uniquement à titre indicatif.

### **3.3. La réalisation de lentilles sphériques sur une machine à commande numérique**

Le polissage doit donner au dioptrie sa forme finale et le niveau de rugosité (notée Ra) nécessaire à l'application pour laquelle il est destiné. Le principe du polissage sur des machines à commande numérique (appelées aussi machines CN) est simple et reste très proche du polissage traditionnel par des machines à bras. Cette opération est réalisée avec un outil de forme donnée et un fluide véhiculant l'abrasif. Cet outil possède une surface sphérique (ou plane) recouverte d'une couche de polyuréthane dont le rayon est parfaitement connu et égal à celui du dioptrie à polir. En revanche, la forme de l'outil est l'opposé de celle du dioptrie. Le fluide est composé d'eau et d'un abrasif dont le diamètre des grains est très



faible (quelques micromètres). L'outil est mis en rotation, ainsi que le dioptré à polir ; un arrosage permanent est utilisé.

Une ou plusieurs phase(s) de pré-polissage et une phase de finition sont réalisées. La concentration d'abrasif dans le liquide de polissage est relativement élevée. Elle est évaluée par la densité du liquide de polissage et est de l'ordre de 1.025. En outre, l'arrosage est important, pratiquement plusieurs litres par minute. En revanche, lors de la phase de finition, la densité du liquide de polissage est très proche de 1 (1.005) et parfois l'eau suffit. L'arrosage est peu abondant. En général, un système de goutte-à-goutte est utilisé. Pour des raisons économiques, les polissoirs en polyuréthane sont couramment employés : les temps de cycle sont plus courts et il n'est pas nécessaire de contrôler l'évolution des dioptries durant ce type de polissage. De plus, ces polissoirs ne se déforment que sous l'effet de l'usure.

L'utilisation de machines à commande numérique pour la réalisation de dioptries permet de contrôler la plupart des paramètres de polissage, de maîtriser les temps de cycle et de rationaliser la production.

### 3.4. La microrectification de dioptries en fluorine

Contrairement à la fluorine, le verre et les métaux ferreux ne peuvent pas être usinés avec des outils diamant. En effet, ils interagissent chimiquement avec le carbone du diamant ce qui entraîne une usure très rapide de l'arête et donc une dégradation de la forme.

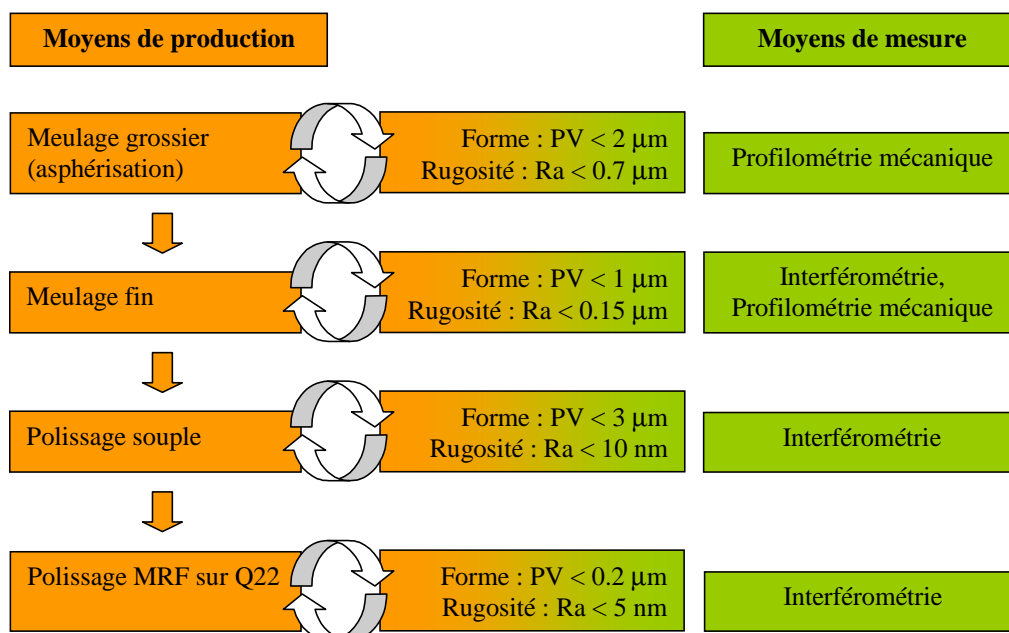


Figure I.10 : processus standard de réalisation d'un dioptré asphérique en fluorine par microrectification.

Par ailleurs, tous les matériaux optiques sont usinables avec ces meules diamantées selon des étapes bien définies (*Figure I.10*)<sup>[13], [18]</sup>.

### 3.4.1. Le meulage

La microrectification consiste en un meulage de grande précision. Les meules employées pour ce type d'opération sont en général une concrétion de diamant dans un alliage métallique ou résinoïde qui sert de liant. Les caractéristiques importantes de ces meules sont :

- La taille des grains de diamant.
- Le diamètre de la meule.
- La concentration de ces grains exprimée par le pourcentage du volume de diamant dans un volume donné.
- Le type de liant dont le rôle est de maintenir les grains de diamant. Il doit être suffisamment tendre pour libérer les grains lorsqu'ils sont émoussés, mais pas trop pour que la forme de la meule ait un minimum de tenue.

Il existe un grand nombre de formes différentes de meules. Celles utilisées durant ce travail<sup>[19]</sup> sont présentées sur la figure suivante (*Figure I.11*).



*Figure I.11 : meules à liant métallique utilisées lors de la phase de microrectification en régime cassant*<sup>[20]</sup>.

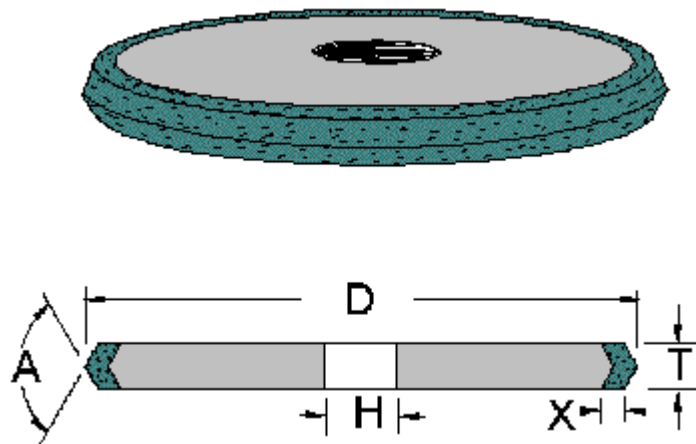
Il est nécessaire de donner un nom aux différentes étapes constituant les cycles de microrectification avec les meules à liant métallique et les meules à liant résinoïde.

La microrectification en régime cassant, appelée aussi meulage grossier, est un processus de fissuration du substrat. Les abrasifs, de par la pression qu'ils exercent sur le dioptré, créent des fissures dans la matière. Un réseau de fissures est alors engendré sur toute la surface du dioptré et ces fissures, en se rejoignant, produisent des éclats dans le matériau. Lorsque l'outil enlève la matière par fissuration et arrachements, on dit qu'il travaille en régime cassant. Ce régime se caractérise par une profondeur de coupe importante ou des grains d'abrasif de grosse taille, par un fort taux d'enlèvement de la matière lié à la taille des grains et par une très forte rugosité. L'enlèvement de la matière en régime cassant permet d'ôter rapidement beaucoup de matière. La surface de la pièce après cette étape est chaotique et la couche superficielle de la pièce est entièrement fissurée. C'est également le cas de l'ébauchage puisque la meule utilisée est elle aussi à liant métallique.

Les opérations de microrectification peuvent également être conduites en régime ductile (aussi appelé meulage fin). La matière n'est plus ôtée par fissuration, mais par déformation plastique. Le taux d'enlèvement matière est plus faible que lors du même type d'opération en régime cassant et n'est plus lié à la taille des grains. Les surfaces obtenues se caractérisent alors par une faible rugosité et par un très faible endommagement. La microrectification en régime ductile permet donc de réduire la profondeur de la couche endommagée et la rugosité de la surface. Cependant, ce régime semble favoriser l'apparition de contraintes - aussi appelées effet Twyman<sup>[21]</sup> - dans la couche superficielle.

Généralement, les meules à liant métallique sont utilisées pour les opérations de meulage grossier et les meules à liant résinoïde (*Figure I.12*) pour la phase de meulage fin.

En plus des paramètres constituant le liant, il existe aussi des informations sur la géométrie de ces meules. Ainsi, sur le schéma suivant (*Figure I.13*) H, D, T, X et A représentent respectivement le diamètre intérieur de la meule, son diamètre extérieur, son épaisseur, l'épaisseur du liant contenant les particules de diamant et l'angle d'attaque.



*Figure I.13 : schéma d'une meule diamant de type IEE1* <sup>[20]</sup>.

La meule est montée sur une broche afin de pouvoir la mettre en rotation. Les déplacements de l'outil et de la pièce sont les mêmes qu'en tournage : la pièce est mise en rotation et la trajectoire de l'outil par rapport à la pièce décrit une méridienne de la forme souhaitée. Les machines-outils utilisées pour les opérations de microrectification durant ce travail sont des tours sur lesquels une tête de meulage a été ajoutée (*Annexe I, §4*).

Une fois les différents réglages effectués, un programme de déplacement de l'outil est élaboré. Il décrit les différents paramètres de l'usinage et la trajectoire de l'outil afin de réaliser le dioptré souhaité. La trajectoire est générée à partir de la forme théorique du dioptré (*Graphique I.3*) et des caractéristiques géométriques de l'outil. Pour cela nous disposons, au choix, de deux logiciels (*Toolpath Generator* et *Diamond Turning Path*). Le premier présente le grand avantage de pouvoir effectuer des corrections locales de la trajectoire de l'outil (appelées compensations) à partir de mesures issues d'un profilomètre mécanique. L'étude des corrections sera plus profondément étudiée dans une des annexes du second chapitre (*Annexe II, §4*).

### 3.4.2. Le polissage souple

Cette phase (*Annexe I, §5*) a pour objectif d'éliminer les défauts de forme locaux que produit la microrectification en régime ductile et d'améliorer très nettement la rugosité (jusqu'à moins de 5 nm). Pour atteindre cet objectif, il a été envisagé d'effectuer un polissage souple sur les dioptries <sup>[13]</sup>, <sup>[18]</sup>, c'est-à-dire d'utiliser un polissoir dont la surface active peut se déformer pour suivre les variations de pente d'un dioptre asphérique. Ce polissage est effectué sur la machine de polissage à commande numérique *SLP100-E* de la société *Schneider* (*Figure I.14*) <sup>[22]</sup>.



*Figure I.14 : machine à commande numérique de polissage souple avec un polissoir à membrane élastique.*

Cette méthode est employée pour polir un dioptre qui a déjà une forme asphérique, mais dont il est nécessaire d'améliorer l'état de surface. En effet, des ondulations apparaissent sur les dioptries après l'étape de meulage fin (*Figure I.15*). Il est nécessaire de les supprimer avant de passer à la phase de polissage <sup>[23]</sup>.

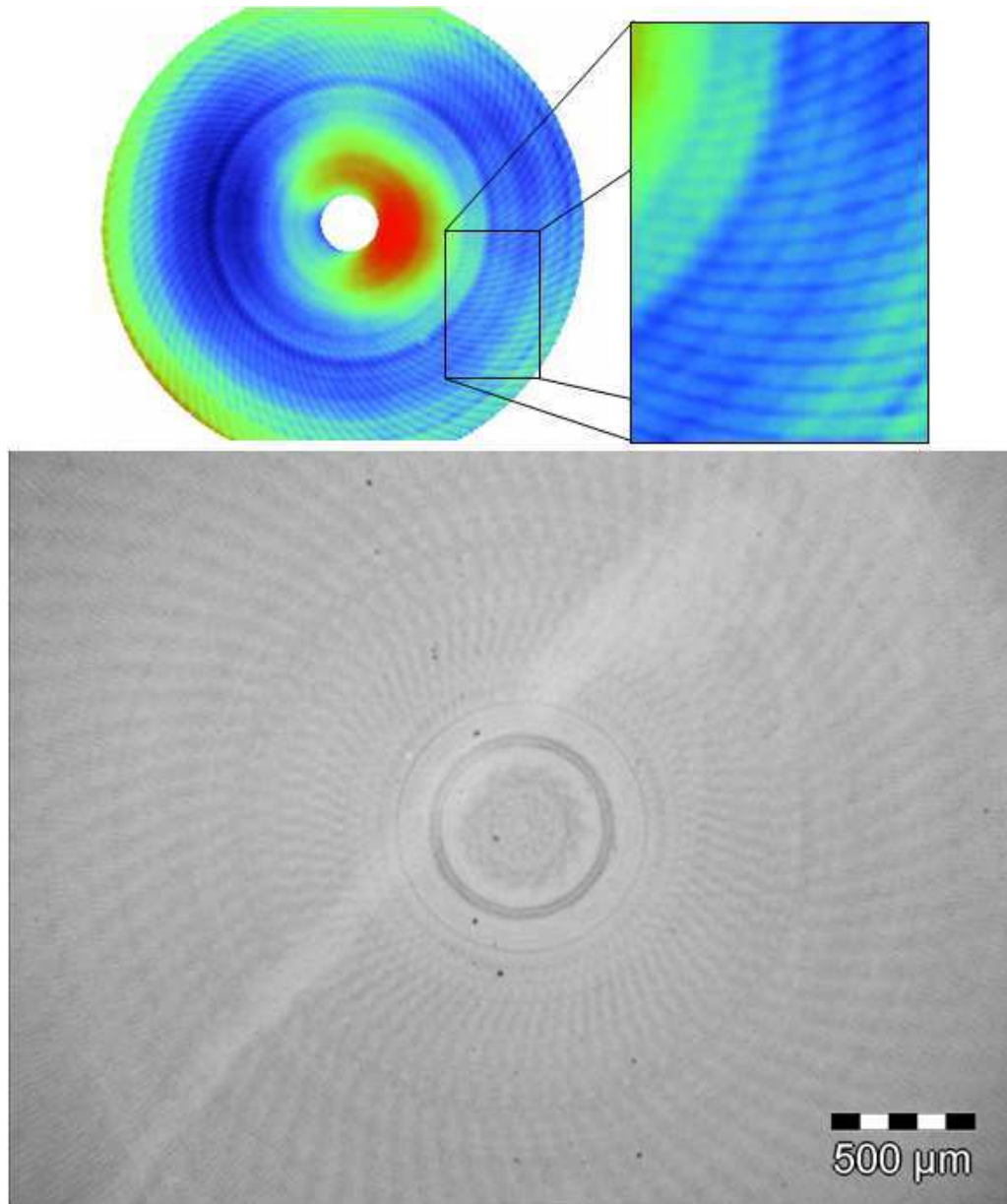


Figure 1.15: cartographies interférométriques (en haut) et mesures par microscopie optique (en bas) d'ondulations au centre d'un dioptre après une étape de meulage fin.

Ce type de polissage va évidemment entraîner une déformation du dioptre. Cette dégradation de la forme générale du dioptre est acceptable, car à l'issue de la phase de microrectification d'une part, la forme du dioptre est très proche de la forme théorique (le critère de forme PV - pour Peak-to-Valley – est de l'ordre de  $1\ \mu\text{m}$ ) et, d'autre part, la finition dite finition magnéto-rhéologique permet de faire de très bonnes corrections de forme.

Cependant, la déformation ne doit pas être trop importante afin que la finition magnéto-rhéologique ne soit pas trop longue et qu'elle soit pleinement efficace. Il est généralement possible de tolérer une déformation de 1 ou  $2\ \mu\text{m}$  sur le paramètre PV en fonction de la taille du dioptre.

### 3.4.3. La finition magnéto-rhéologique

Le principe de la finition magnéto-rhéologique (*Annexe I, §6*), appelée aussi MRF (pour Magneto-Rheological Finishing), est de mettre en contact le dioptré avec un fluide en mouvement ayant des propriétés magnéto-rhéologiques (*Figure I.16*)<sup>[24], [26]</sup>. Au niveau de la zone de contact, la viscosité du fluide est fortement augmentée par un champ magnétique, ce qui permet au fluide d'avoir une action d'enlèvement de matière significative et contrôlée<sup>[27], [28], [29]</sup>.



Figure I.16 : zone de travail de la machine Q22 de finition MRF pendant un polissage.

Une fois le procédé d'enlèvement de matière stabilisé, le polissage ne dépend plus que de la justesse du déplacement du dioptré sur le fluide. La précision de la forme obtenue après un polissage sur cette machine est donc liée à la précision des données initiales : en particulier la précision de la fonction d'enlèvement de matière et celle de la mesure de la forme initiale du dioptré<sup>[30]</sup>.

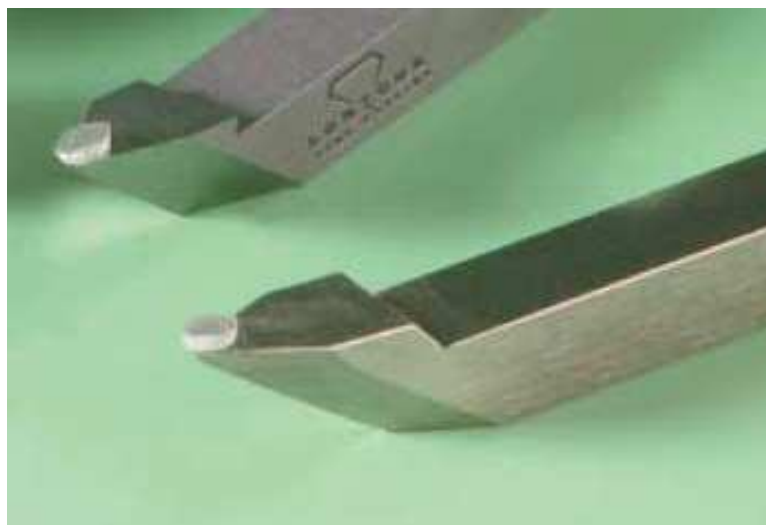
La machine Q22 de la société QED Technologies<sup>[31]</sup>, sur laquelle l'ensemble des tests a été réalisé, est la première version d'une machine de finition de dioptrés optiques de très grande précision utilisant un fluide magnéto-rhéologique.

C'est une machine de polissage local capable de polir de nombreux matériaux allant des plastiques<sup>[32], [33]</sup> à tous les types de verre en passant par des matières cristallines aussi dures que le carbure de silicium et la fluorine<sup>[34], [35]</sup>. Il est possible, de surcroît, de quantifier

les endommagements (*Chapitre I, §3.1.1*)<sup>[36], [37], [38]</sup> mais aussi de les supprimer efficacement<sup>[39], [40], [41]</sup>.

### 3.5. Le tournage à l'outil diamant

La plupart des matériaux transparents aux rayonnements infrarouges (Ge, Si, ZnSe, ZnS, MgF<sub>2</sub>), les polymères, les métaux non ferreux et la fluorine sont parfaitement usinables avec des outils diamant (*Figure I.17*), quel que soit le degré d'asphéricité du dioptré<sup>[42]</sup>. La grande majorité des lentilles asphériques infrarouges est réalisée par cette méthode (*Annexe I, §7*)<sup>[43]</sup>.



*Figure I.17 : photographie d'outils diamant identiques à ceux utilisés lors des essais*<sup>[44]</sup>.

Le principe de ce type d'usinage est de mettre en rotation la pièce à usiner et de décrire une méridienne de la surface à réaliser avec un outil diamant parfaitement adapté et certifié (*Annexe I, §8*). La réalisation d'un dioptré asphérique en fluorine (*Figure I.18*) commence pour cette méthode aussi, par la phase d'ébauchage conventionnel de ce dioptré au rayon de meilleure sphère de la surface asphérique. Le dioptré asphérique est ensuite formé par usinage à l'outil diamant sur un tour à commande numérique de grande précision.

Là encore, il est nécessaire de décrire les différents paramètres de l'usinage ainsi que la trajectoire de l'outil afin de réaliser la forme voulue. Comme dans la partie (*Chapitre I, §3.4*) présentant les méthodes de fabrication basées sur la microrectification, le même logiciel va être capable d'apporter les corrections indispensables au niveau de la trajectoire de l'outil (*Annexe II, §4*).



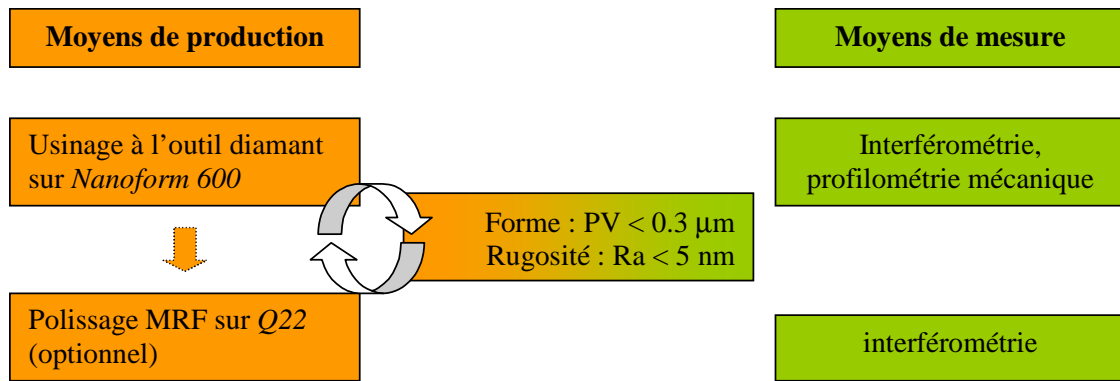


Figure I.18 : processus standard de réalisation d'un dioptré asphérique en fluorine par tournage à l'outil diamant <sup>[18], [45], [46]</sup>.

Si la phase de tournage ne permet pas d'atteindre les spécifications demandées, une opération de finition MRF est envisageable. Dans un premier temps, il est toutefois possible de se passer de cette finition.

#### 4. Conclusion

Trois méthodes de réalisation de dioptries sphériques en fluorine sont disponibles, et seulement deux de ces méthodes peuvent être adaptées à la réalisation des dioptries asphériques.

Les deux processus de fabrication (microrectification et tournage à l'outil diamant) décrits dans ce chapitre permettent de répondre aux spécifications des dioptries asphériques que la société *Thalès-Angénieux* souhaite intégrer dans ses produits.

Il devient désormais extrêmement facile, grâce aux moyens techniques disponibles, de réaliser ces dioptries asphériques. Seule la caractérisation de la qualité des surfaces générées par ces méthodes reste méconnue. Cette étape nécessaire à la réalisation de dioptries de très haute qualité est étudiée dans le prochain chapitre.

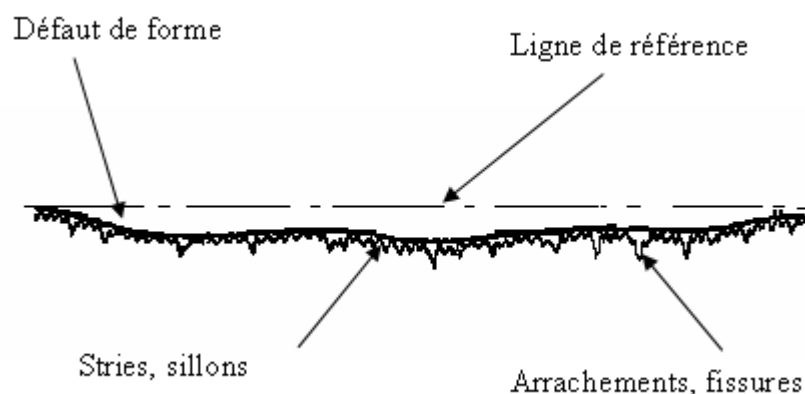
## Chapitre II : Mesures standards et contrôle des lentilles en fluorine

Ce chapitre traite des mesures dimensionnelles qui peuvent être effectuées sur une surface et donnent la possibilité d'en connaître les caractéristiques géométriques.

Dans n'importe quel processus de fabrication, des mesures sont effectuées pour évaluer ou certifier la qualité des pièces obtenues. Dans le cas de fabrication de lentilles, elles permettent ainsi de :

- Contrôler la réalisation d'un composant au cours d'un processus de fabrication qui est complexe <sup>[48]</sup>.
- Corriger la trajectoire des outils lors du réglage de certaines phases ou les dérives éventuelles de ces trajectoires.
- Fournir les informations indispensables à la réalisation de certaines phases (par exemple les phases de finition magnéto-rhéologique).

Ces mesures sont soit linéiques (deux dimensions), soit surfaciques (trois dimensions). En fonction du moyen de mesure employé et du traitement des données, les différents types de défauts que peut comporter une surface (*Figure II.1*) peuvent être mis en évidence.



*Figure II.1 : profil et défauts d'une surface par rapport à une ligne de référence.*

La fabrication et le contrôle sont intimement liés. Il est donc nécessaire de connaître quelques notions sur le contrôle avant de détailler les différentes phases de fabrication.

## 1. Le contrôle optique

Dans ce paragraphe ne seront traités que les contrôles des dioptries qui se font habituellement dans l'atelier d'optique. Ces contrôles ont lieu à chaque étape de fabrication. Il en existe deux grands types faits en atelier d'optique de façon courante (norme DIN 3140 et ISO 10110) :

- Le contrôle de forme et d'état de surface.
- Le contrôle d'aspect.

Les contrôles sont différents en fonction de la phase d'usinage dans laquelle se trouve la lentille et de ce qui doit être vérifié.

### 1.1. Le contrôle de forme et d'état de surface

Les moyens de contrôle dépendent de l'état du dioptrie. Ce contrôle est réalisé soit par des procédés optiques (mesures interférométriques ou déflectométriques) lorsque le dioptrie est poli, soit par contact si le dioptrie est translucide, c'est-à-dire que le dioptrie laisse passer la lumière sans pour autant être transparent car il la diffuse : le dioptrie est dans cet état lors de la phase d'ébauchage, de doucissage et de meulage, par conséquent les moyens de mesure optique ne peuvent pas être employés.

Le contrôle, qu'il soit de forme ou d'état de surface, est indissociable des différentes étapes de fabrication des dioptries et sera traité en détail dans un prochain paragraphe (*Chapitre II, §2.2*).

### 1.2. Le contrôle d'aspect

Le contrôle d'aspect consiste à vérifier que les dioptries d'une lentille n'ont pas de défauts locaux. Les principaux défauts locaux sont :

- Les *rayures* : ce sont les défauts les plus importants.
- Les *frayures* sont des défauts intermédiaires entre les rayures et les filandres. Une frayure pourrait être définie comme étant une petite rayure aux bords arrondis.

- Les *filandres* sont des frayures très fines et visibles seulement sous certaines incidences de lumière. Une filandre peut être très longue. Elle peut traverser tout le dioptre.
- Les *points brillants* sont des arrachements très localisés.

Le contrôle d'aspect s'effectue à l'œil nu sur un fond noir ou blanc pour bien distinguer les défauts. Le seul instrument utilisé pour cette observation est une loupe sous un fort éclairage. Les mesures se font soit par transmission pour la détection des filandres, des frayures et des bulles, soit par réflexion pour repérer les points brillants et les taches.

## 2. Les défauts et les moyens de les caractériser

Les tolérances de fabrication dépendent de l'utilisation prévue du produit et du public visé <sup>[49]</sup>. D'un côté, les dioptres d'un objectif équipant un caméscope grand public n'ont pas les mêmes exigences que ceux d'un objectif de caméra professionnelle, pour une question de coût et de performances recherchées ; de l'autre, en fonction de la longueur d'onde du rayonnement utilisé par le système optique, les tolérances sur la rugosité ne seront pas les mêmes : la rugosité doit être d'autant plus faible que la longueur d'ondes est basse, et ceci afin que les rayons ne soient pas diffractés par les réseaux engendrés par cette rugosité.

### 2.1. Les défauts

Il est possible de distinguer sur une surface quatre types de défauts (*Figure II.2*) en fonction de leur dimension caractéristique :

- Les défauts du 1<sup>er</sup> ordre : les écarts de forme et de position. Ils sont dus à des problèmes liés à la géométrie de la machine ou à la trajectoire de l'outil.
- Les défauts du 2<sup>ème</sup> ordre : les ondulations de la courbe (défauts périodiques) qui sont essentiellement engendrées par des vibrations.
- Les défauts du 3<sup>ème</sup> ordre : les sillons créés par l'outil (défauts périodiques).
- Les défauts du 4<sup>ème</sup> ordre : les arrachements et les fissures (défauts apériodiques).

La rugosité regroupe les défauts de 3<sup>ème</sup> et 4<sup>ème</sup> ordre. Ce sont des défauts appelés locaux ou microscopiques, par opposition aux défauts de forme dits globaux ou macroscopiques.

Les défauts d'ondulation, en fonction de leur amplitude et de leur profondeur, peuvent être classés parmi les défauts de forme ou de rugosité.

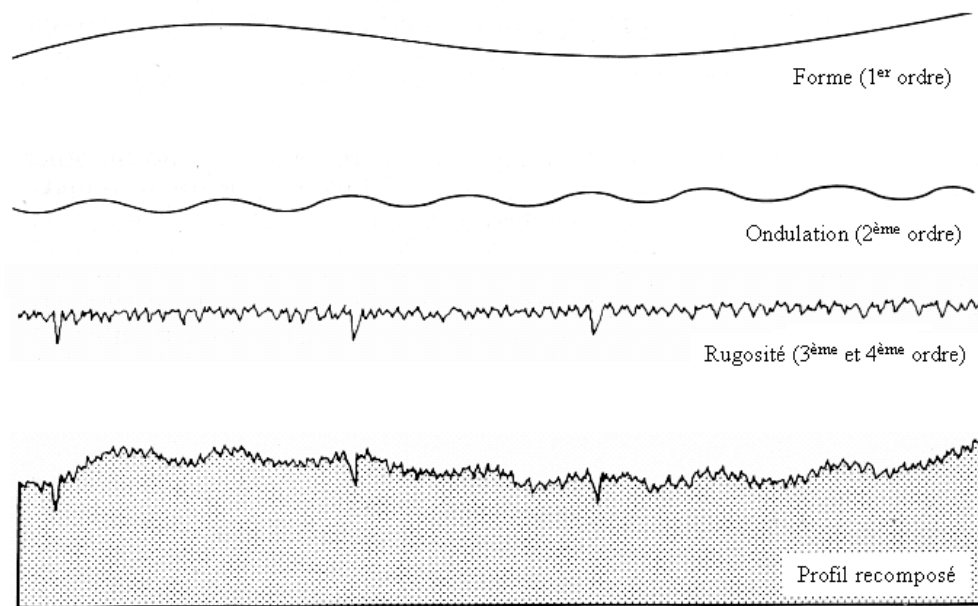


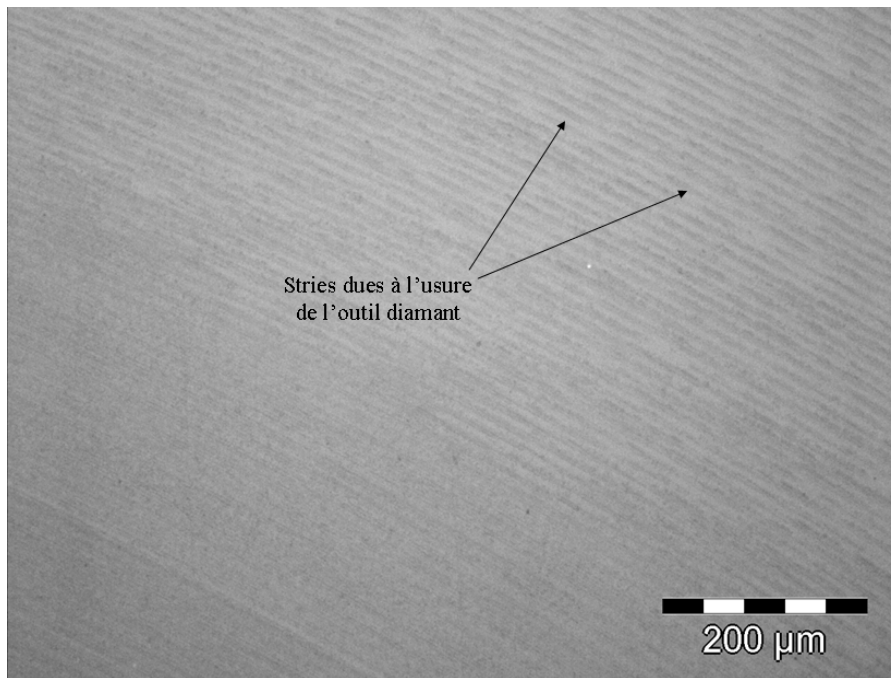
Figure II.2 : décomposition d'un profil à partir des trois types de défauts. De haut en bas : défauts de forme, ondulation et rugosité <sup>[50]</sup>.

Lors des essais de tournage à l'outil diamant sur la fluorine, certains défauts d'aspect particuliers peuvent apparaître sur certaines zones des dioptrés et rendent alors les lentilles inutilisables <sup>[18]</sup>. Il est possible de les classer en plusieurs catégories : les irisations, les défauts de coupe et les arrachements qui sont liés, respectivement, à l'usure de l'outil, aux conditions de coupe et enfin au matériau. Nous nous intéresserons plus particulièrement à ces derniers dans le cadre de cette étude. Quant aux « Sub-Surface Damages », ils apparaissent à la suite d'une opération de meulage (ébauchage, doucissage et microrectification) au cours de la fabrication des lentilles.

### 2.1.1. Les irisations

Les irisations apparaissent très rapidement avec l'usure de l'outil diamant. Elles apparaissent, au bout d'une trentaine de passes. Le passage d'un outil usé sur le dioptré crée

donc un réseau (*Figure II.3*) susceptible de diffracter la lumière blanche en donnant naissance à des reflets colorés comme l'arc-en-ciel.



*Figure II.3 : réseau créé par l'outil diamant et susceptible de diffracter la lumière provoquant ainsi l'apparition d'irisations sur la surface du dioptré.*

Cependant, avec l'utilisation d'un outil neuf, il est possible d'éliminer ces irisations causées par les microébréchures de l'arête de coupe.

### **2.1.2. Les défauts de coupe**

Les défauts de coupe, appelés aussi « zones de gris » (*Figure II.4*), présentent une surface accidentée ; ils sont produits par une mauvaise coupe de l'outil et apparaissent en particulier lorsque la vitesse d'avance et la profondeur de passe sont trop faibles. Ils sont généralement localisés près du centre de la lentille, sous la forme de trois secteurs égaux, répartis de façon symétrique par rapport au centre de la lentille.

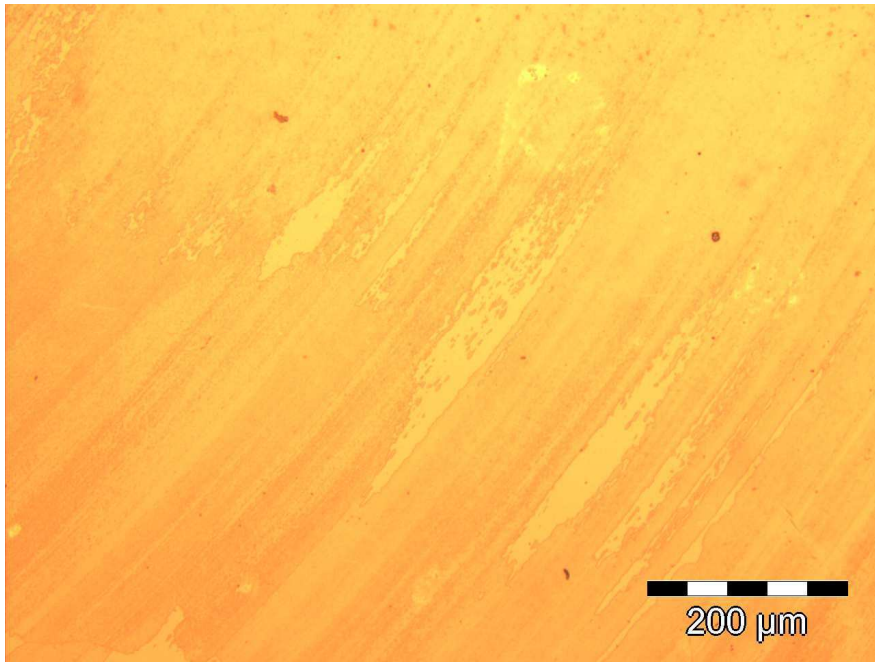


Figure II.4 : image au microscope optique d'une « zone de gris » à proximité du centre d'un dioptre.

Les défauts de coupe dépendent fortement des conditions d'usinage. Le changement des paramètres de coupe, tels que la vitesse d'avance et la profondeur de passe, fait varier la surface de ces défauts.

### 2.1.3. Les arrachements

Les arrachements (*Figure II.5*) peuvent être relativement importants en nombre comme en taille, et atteindre quelques millimètres de long. Ces défauts ont tendance à avoir une forme générale liée à la trajectoire de l'outil.

Ils varient en fonction des paramètres de coupe, mais leur localisation sur le dioptre reste identique. Il n'est pas possible de les faire disparaître totalement, et cela, même en modifiant les paramètres d'usinage.

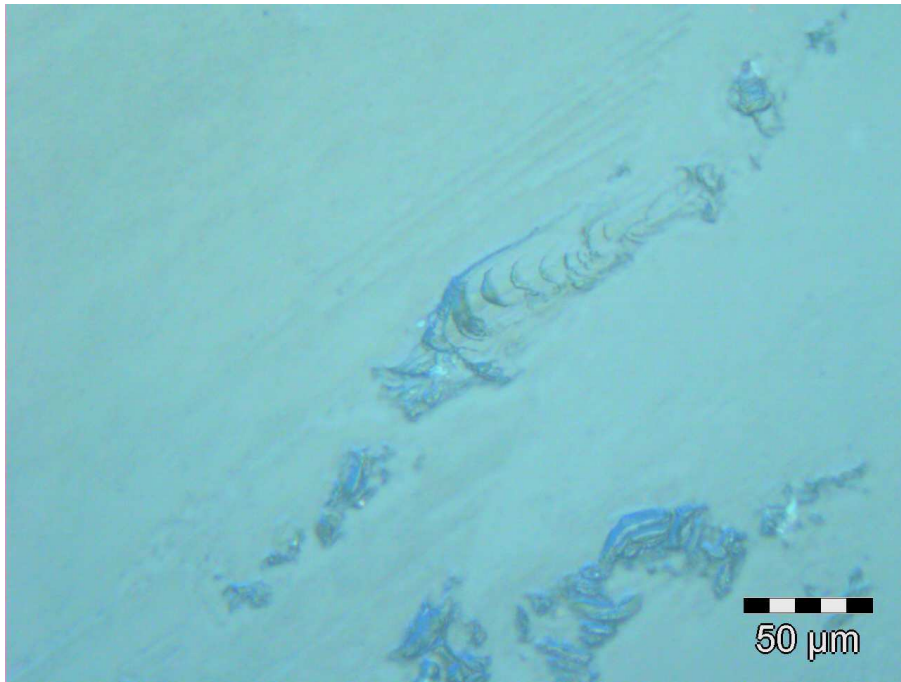


Figure II.5 : zone d'un dioptre observée au microscope optique présentant des arrachements après une opération de tournage à l'outil diamant.

L'hypothèse a été formulée selon laquelle ces arrachements seraient liés à la matière elle-même et à sa structure cristalline <sup>[18]</sup>. En effet, l'importance de ces arrachements est telle que les défauts de forme du dioptre sont rendus complètement négligeables et leur présence entraîne la mise au rebut de la lentille pour des raisons cosmétiques.

#### 2.1.4. Les Sub-Surface Damages

Durant les processus de réalisation de surfaces par meulage (c'est-à-dire par microrectification, par doucissage ou par ébauchage), des endommagements microscopiques apparaissent sous la surface du dioptre <sup>[17]</sup>. Ces endommagements, notés dans cette étude SSD (pour Sub-Surface Damages), peuvent se propager et être à l'origine de nombreuses fractures. Une telle surface est généralement inutilisable. La couche endommagée doit alors être éliminée par une phase de polissage. Néanmoins, il est intéressant de pouvoir les estimer pendant les différentes phases d'usinage. L'importance des défauts de surface et des endommagements dépend non seulement des propriétés du matériau, mais également de toutes les conditions et des paramètres utilisés lors de la fabrication.

L'action des abrasifs durant les opérations de microrectification ou de doucissage et d'ébauchage de la matière produit une surface qui peut être très accidentée et perturbée en profondeur (*Figure II.6*).



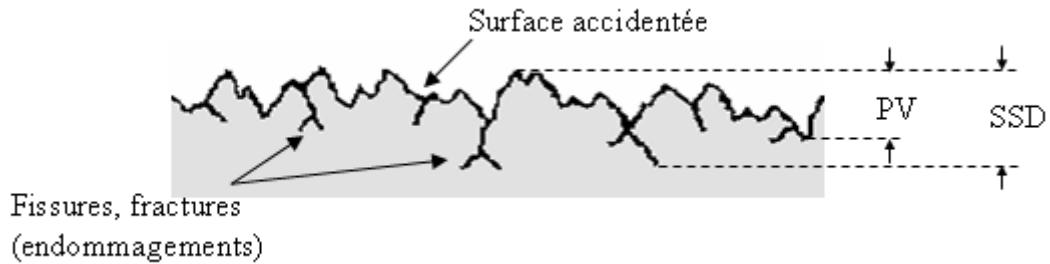


Figure II.6 : représentation schématique d'endommagements sur un profil de surface après une étape d'ébauchage.

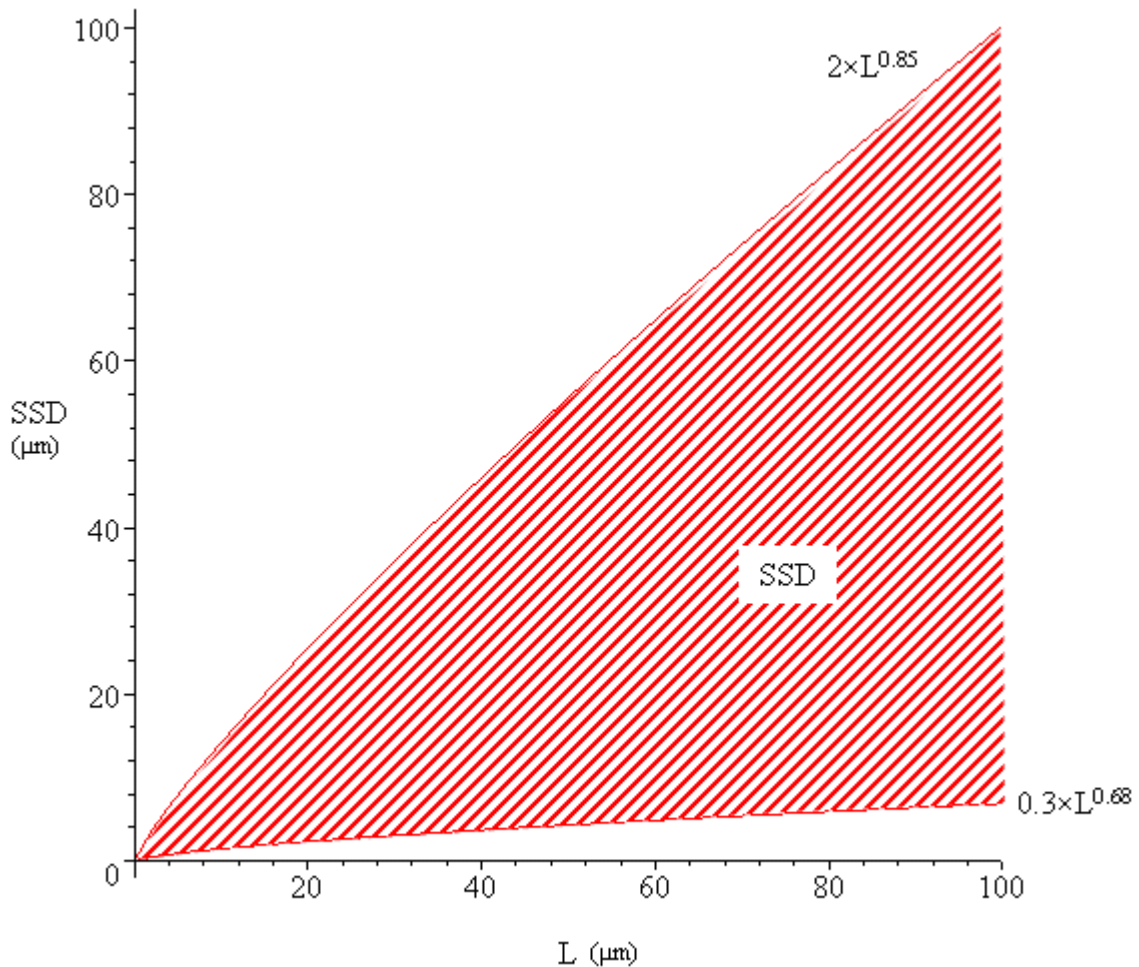
Des données obtenues par des techniques destructives, telles que la taille des abrasifs, la méthode de meulage, les vitesses d'avance, ont été collectées, et quantifient les endommagements. Plusieurs observations ont d'ailleurs été faites <sup>[37], [38]</sup>. Il ressort de ces constatations que les SSD sont principalement liés à la taille L des abrasifs (Équation II.1) :

$$0.3 \times L^{0.68} < SSD < 2 \times L^{0.85}$$

Équation II.1

En effet, cette relation a été déterminée à partir des données issues de la microrectification de verres et de matériaux cristallins, en fonction de la taille (en  $\mu\text{m}$ ) des particules abrasives (Graphique II.1). De surcroît, pour des particules dont la taille dépasse  $100 \mu\text{m}$ , les SSD n'augmentent plus. Ces derniers sont aussi très liés aux cycles d'usinage ; un cycle composé de deux phases (meulage grossier et meulage fin) aura tendance à minimiser la profondeur de ces endommagements, ce qui n'est pas le cas de cycles composés d'une ou de trois phases.

Une des techniques destructives utilisées pour mesurer les fractures et les fissures est basée sur du polissage MRF <sup>[37], [39]</sup>. Elle permet en effet de pénétrer profondément dans la matière afin d'estimer la couche endommagée par les étapes de meulage <sup>[51], [52]</sup>. La profondeur des endommagements peut ainsi être déterminée.



Graphique II.1 : représentation de la zone des SSD en fonction de la taille des abrasifs.

La technique MRF utilisée ne consiste pas à polir l'ensemble du dioptre, mais à prendre une empreinte d'une durée relativement longue lors de l'étape d'estimation de l'enlèvement de la matière. Une profonde marque en forme d'obus est ainsi effectuée sur la surface du dioptre (*Figure II.7*). Des mesures de la profondeur du spot ainsi créé peuvent être réalisées par diverses techniques destructives (par des mesures de profilométrie mécanique <sup>[39]</sup> et de microscopie à force atomique <sup>[53], [54]</sup>, mais également des mesures par microscopie optique <sup>[36]</sup>), afin d'estimer la profondeur des SSD : une prise d'empreinte de 30 secondes pour une profondeur de 8 à 9 μm dans la matière révèle encore la présence de quelques endommagements dans celle-ci (*Figure II.7*, en haut), alors qu'au bout d'une durée de 100 secondes la profondeur atteinte est comprise entre 18 et 19 μm et aucun SSD n'apparaît sur le profil des spots (*Figure II.7*, en bas).

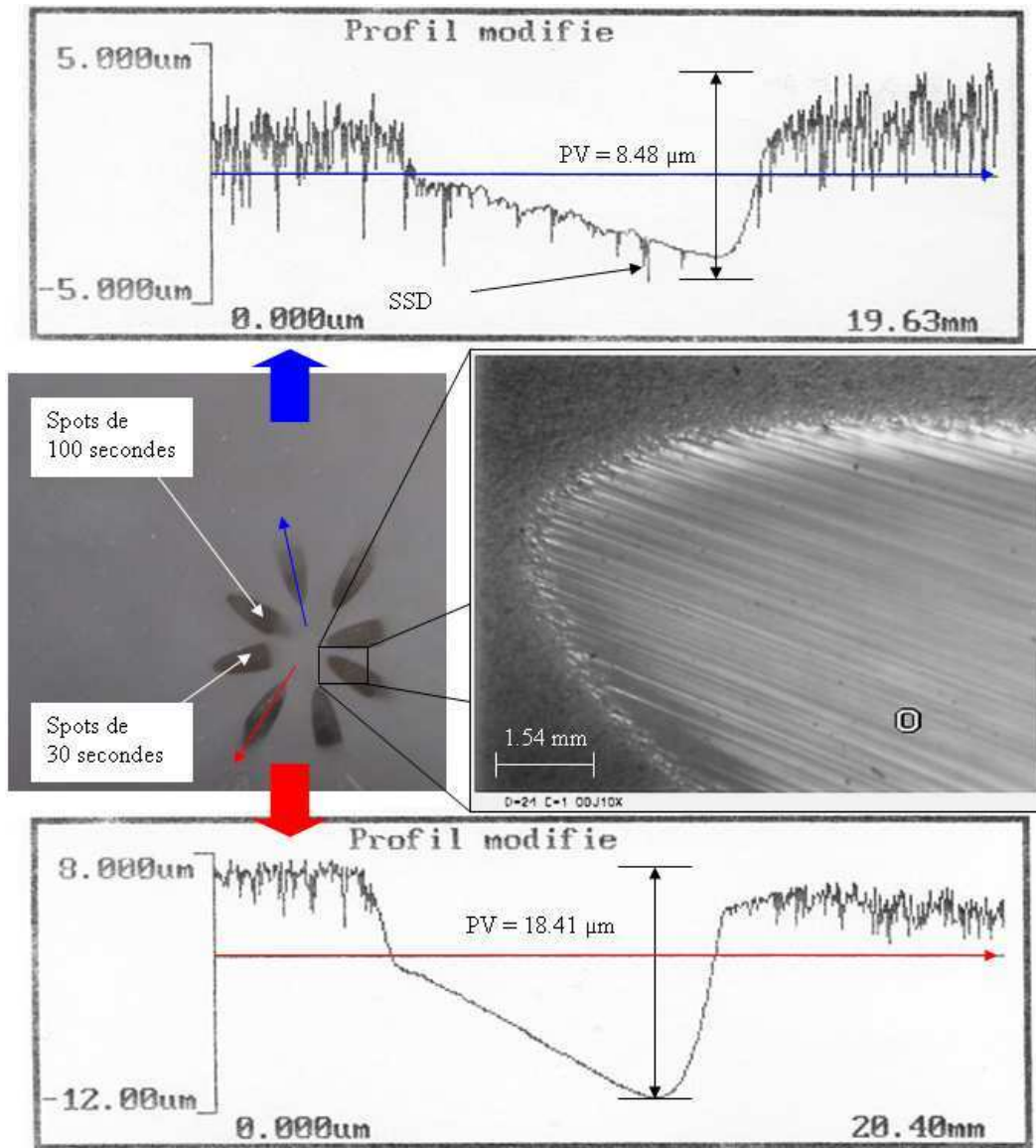


Figure II.7 : quantification par microscopie optique (au centre, à droite) et mesure de profil (en haut et en bas) des empreintes faites par polissage MRF (au centre, à gauche) pour l'estimation des SSD <sup>[36]</sup>.

Pour améliorer l'efficacité de la fabrication des lentilles, les SSD doivent être minimisés pendant les phases de meulage. A la fin des étapes de microrectification et avant de commencer la phase de polissage, il est difficile d'estimer la profondeur de ces endommagements sans utiliser des méthodes d'estimation destructives. Néanmoins, cette estimation permettrait de les supprimer tous avec un processus de polissage mieux adapté, mais rendrait la lentille inutilisable.

En comparant toutes les données obtenues sur la profondeur des SSD avec la rugosité de surface, pour différents matériaux optiques cristallins ( $\text{CaF}_2$ ,  $\text{MgF}_2$ , Si) d'orientations variées et pour différents paramètres de meulage, les résultats démontrent que ces deux grandeurs peuvent être corrélées. En outre, il a été montré <sup>[38]</sup> (Équation II.2), comme

première approche, que la profondeur des SSD est toujours strictement inférieure à deux fois le  $R_t$  de la rugosité de la surface (SR).

$$SSD \leq 2 \times SR$$

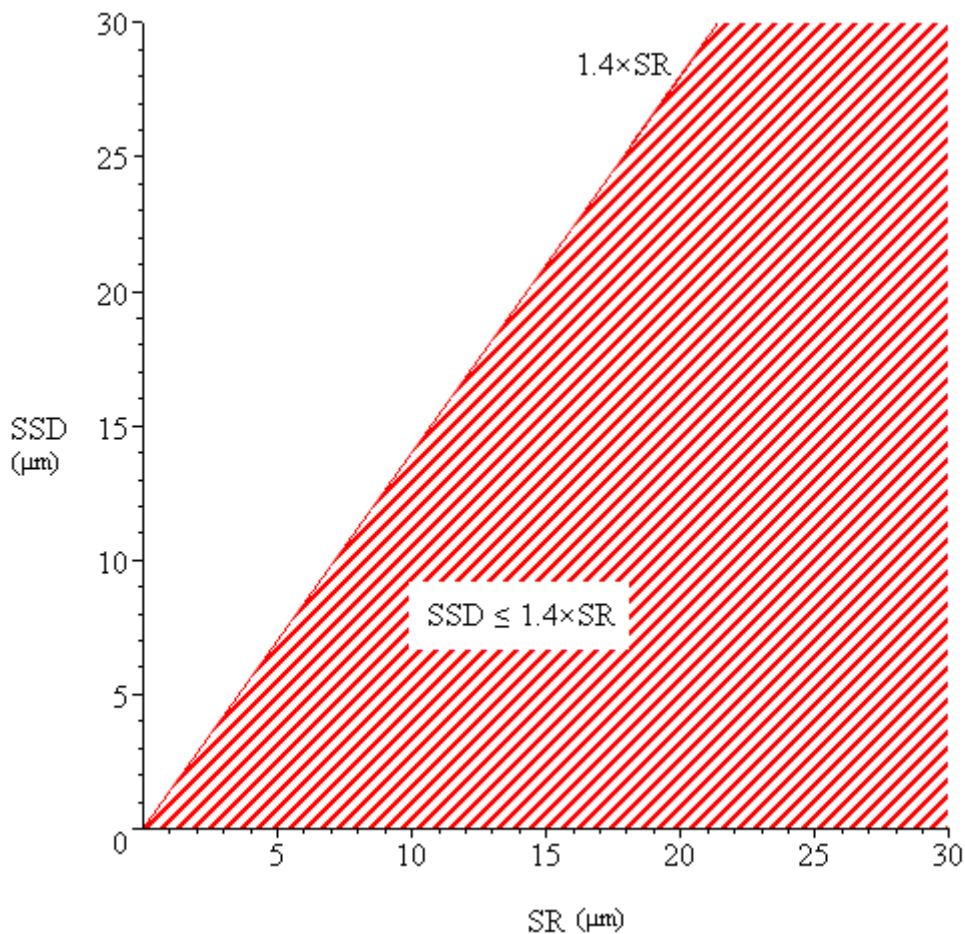
Équation II.2

Cette relation peut être améliorée (Équation II.3 et Graphique II.2) par des essais récents [38] et pour des mesures sans contact, sans tenir compte de l'orientation cristallographique du cristal :

$$SSD \leq 1.4 \times SR$$

Équation II.3

Ces résultats permettent de prédire avec une relative précision la profondeur maximale des fractures pour des matériaux monocristallins.



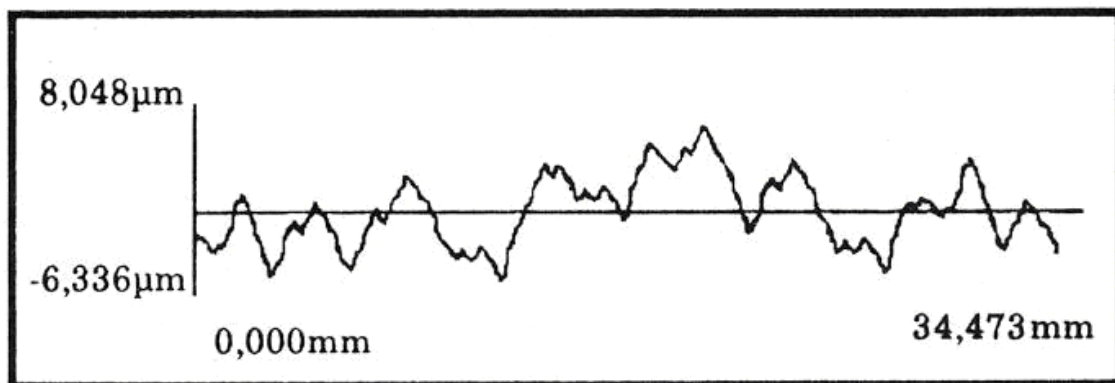
Graphique II.2 : SSD (en  $\mu\text{m}$ ) exprimé en fonction du  $R_t$  de la rugosité de la surface SR (en  $\mu\text{m}$ ).

Ainsi, à partir de ces paramètres il est facile d'éliminer ces SSD au moyen de la machine de finition magnéto-rhéologique en effectuant un polissage uniforme de la surface d'épaisseur égale à la profondeur des endommagements [39].

Pour ne pas endommager les différents échantillons utilisés lors de cette thèse, les deux formules (*Équation II.1* et *Équation II.3*) précédentes sont utilisées afin d'avoir une bonne estimation des endommagements, par des mesures interférométriques ou profilométriques de rugosité, lors des phases d'ébauchage, de doucissage et de microrectification.

## 2.2. Mesures avec ou sans contact

Les mesures comparent une surface réelle à une surface de référence. Cette dernière peut être théorique et donc parfaite, ou réelle et alors entachée d'erreurs. Le résultat de la mesure, qu'elle soit de forme ou de rugosité, est représenté par la différence entre la surface mesurée et la surface de référence (*Figure II.8*).



*Figure II.8 : exemple de mesure linéique de forme à l'aide d'un profilomètre mécanique.*

Cette différence correspond aux écarts mesurés perpendiculairement à la surface de référence. Deux types de mesures peuvent alors être effectués : les mesures d'un profil en deux dimensions sur une méridienne du dioptré ou alors des mesures en trois dimensions de la surface.

Les appareils de mesure par contact sont essentiellement des profilomètres (*Annexe II, §1.1*). Le principe de ces instruments est de déplacer un stylet, appelé également palpeur, reposant sur la surface à qualifier et d'en déterminer les accidents de surface par les mouvements du palpeur <sup>[55]</sup>. L'*Ecole Nationale Supérieure des Mines* dispose également de mesures par microscopie à force atomique <sup>[56]</sup> pour l'étude de petites surfaces (*Annexe II, §1.2*).

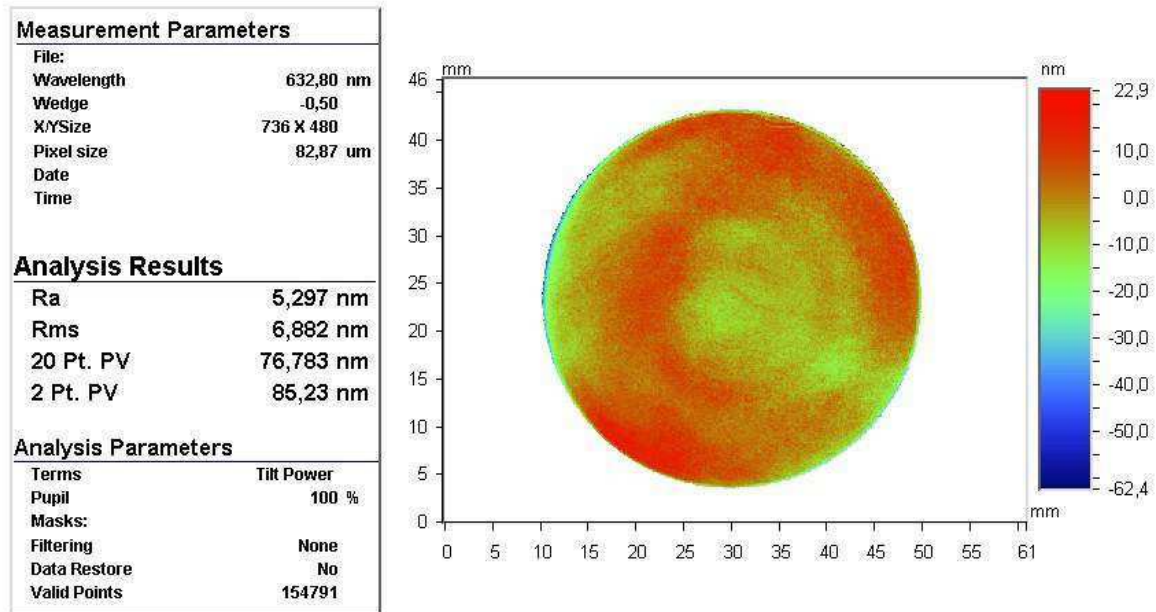


Figure II.9 : exemple de mesure surfacique de forme réalisée sur un calibre.

Généralement, les mesures surfaciques sont faites sur un plan de l'espace, qui symbolise la surface de référence. La surface mesurée (Figure II.9) est représentée par une fonction qui correspond aux défauts de la surface par rapport à la référence.

En plus des quelques analyses par microscopie optique classique, les mesures sans contact utilisées chez *Thalès-Angénieux* sont également des mesures optiques. Elles sont de deux types : on parle de mesures interférométriques (Annexe II, §2) ou déflectométriques (Annexe II, §3). Elles utilisent toutes les deux la réflexion d'une onde lumineuse sur la surface à mesurer. Dans le cas de l'interférométrie <sup>[59]</sup>, <sup>[63]</sup> (Figure II.10), cette onde réfléchie vient créer des interférences avec une onde émise par la même source et elle aussi réfléchie par la surface de référence : de cette manière il est possible d'accéder aux variations de hauteur des différents points de la surface mesurée. Dans le cas de la déflectométrie <sup>[66]</sup>, <sup>[67]</sup> cette onde permet de déterminer les pentes de la surface étudiée. Les appareils de mesure utilisés durant ce travail sont décrits en annexe et le principe expliqué plus longuement dans le paragraphe des mesures asphériques.



Figure II.10 : banc de mesures de dioptries sphériques par interférométrie <sup>[59]</sup>.

Deux types d'évaluations bien particulières effectuées à partir des appareils précédents, assurant le suivi de la qualité des dioptries réalisés, seront étudiés dans ce chapitre :

- Les mesures de forme.
- Les mesures de rugosité appelées aussi mesures d'état de surface.

Dans la classification précédente, on ne tient pas compte des ondulations. Celles-ci sont généralement considérées comme des défauts. Elles sont principalement dues aux étapes de meulage et sont rarement estimées.

### 2.2.1. Mesures de forme

Elles se font sur de grandes surfaces ou de grandes longueurs et doivent couvrir la plus grande zone possible. Ce sont des mesures globales qui permettent de connaître les défauts de forme de la surface mesurée par rapport à la surface de référence. Lors de ce type de mesures il n'est pas nécessaire de tenir compte des défauts de haute fréquence spatiale qui correspondent aux défauts d'état de surface.

Il existe un nombre important de paramètres pour caractériser ces mesures. Seuls quatre, utilisés chez *Thalès-Angénieux*, sont décrits ici :

- **L'écart de forme** : dans le cadre des surfaces sphériques, le rayon réel du dioptre doit être compris dans un intervalle qui encadre le rayon théorique.
- **Rt** ou **PV** (pour Peak-to-Valley) : c'est l'écart entre le point le plus haut et le point le plus bas de la surface (ou de la longueur) mesurée par rapport à la surface (ou à la longueur) de référence.
- **Ra** : la moyenne arithmétique. Lors d'une mesure en deux dimensions ce paramètre est calculé de la manière suivante (*Équation II.4*) :

$$Ra = \frac{1}{L} \times \int_0^L |z(x)| dx$$

*Équation II.4*

C'est l'écart arithmétique moyen. Lorsqu'on passe à des mesures en trois dimensions, l'équation (*Équation II.4*) devient alors (*Équation II.5*) :

$$Ra = \frac{1}{S} \times \iint_S |z(x, y)| dx dy$$

*Équation II.5*

- **Rms** ou **Rq** : c'est l'écart quadratique moyen. La notation Rq s'applique pour les mesures en deux dimensions. Dans le cas de mesures linéiques, il est évalué de la manière suivante (*Équation II.6*) :

$$Rq = \left( \frac{1}{L} \times \int_0^L z^2(x) dx \right)^{\frac{1}{2}}$$

*Équation II.6*

Pour une mesure surfacique, le Rms est calculé ainsi (*Équation II.7*) :

$$Rms = \left( \frac{1}{S} \times \iint_S z^2(x, y) dx dy \right)^{\frac{1}{2}}$$

*Équation II.7*

En outre, ces mesures se font aussi bien en deux dimensions, sur une longueur L, qu'en trois dimensions sur une surface S.



### **2.2.2. Mesures d'état de surface**

Les mesures d'état de surface ou de rugosité servent à appréhender les défauts locaux de la surface. Comme les mesures de forme, elles peuvent être surfaciques ou linéiques. Elles sont en général réalisées sur de toutes petites surfaces ou segments. Ce type d'analyse donne les mêmes résultats que les mesures de forme : une courbe ou une surface représentant les écarts normaux de la surface mesurée par rapport à la surface de référence. Dans le cas des mesures d'état de surface, la surface de référence n'est plus la surface théorique simple, mais la surface théorique à laquelle les défauts de forme de la surface ont été ajoutés. En effet, les défauts de basse fréquence (défauts de forme) ne doivent pas intervenir dans ce genre de mesures.

Les défauts révélés par les mesures d'état de surface sont essentiellement dus au processus d'enlèvement de la matière : celui-ci dépend de la matière usinée et de l'outil employé ainsi que des conditions d'usinage.

Encore plus que pour les mesures de forme, il existe un grand nombre de paramètres pour caractériser la rugosité d'une surface. Cependant, seulement les trois principales sont décrites ici :

- $R_t$  ou  $PV$ .
- $R_a$ .
- $R_{ms}$  ou  $R_q$ .

Ces paramètres ont les mêmes définitions que ceux utilisés pour les mesures de forme. La différence entre ces paramètres, lorsqu'ils quantifient des défauts de forme ou de rugosité, est qu'ils ne sont pas appliqués à des surfaces de même échelle et la surface de référence n'est pas définie de manière identique.

### **2.3. Mesures de surfaces asphériques**

Les mesures sphériques sont possibles par tous les moyens cités auparavant : profilomètres, interféromètres et déflectomètres. Les mesures de dioptries sphériques ou plans sont maîtrisées depuis longtemps, et actuellement, il est possible d'obtenir de très bonnes précisions <sup>[68]</sup>. Il n'en est pas de même pour les dioptries asphériques qui ne sont pas

caractérisables par ce procédé. Différentes méthodes ont été explorées pour qualifier des dioptries asphériques, des plus simples <sup>[61]</sup>, <sup>[62]</sup> (*Annexe II*, §2.2) aux plus complexes <sup>[69]</sup>.

Il est toutefois possible de faire des mesures de dioptries asphériques avec la même précision que celle atteinte sur les mesures de sphères ou de plans lors de l'utilisation d'un profilomètre. Cependant ces mesures sont réalisées uniquement en deux dimensions.

La déflectométrie <sup>[66]</sup>, <sup>[67]</sup> (*Annexe II*, §3) est une méthode permettant de mesurer le champ de pentes d'une surface. Cette technique est utilisée par des appareils de mesures de forme développés par *Thalès-Angénieux*. Ces appareils, aussi appelés asphéromètres (*Figure II.11*), permettent de mesurer aussi bien des dioptries sphériques ou plans et des dioptries asphériques. Le logiciel de mesure calcule un « ronchigramme » de la surface théorique et le soustrait à la mesure réelle afin d'obtenir le « ronchigramme » des défauts de surface.

Outre le fait de pouvoir mesurer des surfaces asphériques, la déflectométrie présente l'avantage de ne pas être très sensible aux vibrations. La déflectométrie est un des rares moyens de mesure de dioptries asphériques en trois dimensions fonctionnant à l'heure actuelle et ne nécessitant pas de correcteurs particuliers pour chaque asphère dont l'asphéricité ne dépasse pas quelques micromètres.

### **3. Bilan des méthodes de caractérisation**

Un tableau récapitulatif synthétise l'ensemble des défauts présentés au cours de ce chapitre (*Tableau II.1*) et les méthodes d'usinages liées à leur apparition lors des différentes étapes de fabrication : ce lien est schématisé par une croix. Celle-ci signifie simplement qu'une méthode d'usinage particulière génère un ou plusieurs défauts qui lui sont propres.

Les différents défauts survenus au cours des usinages peuvent alors être quantifiés ou, du moins, observés, lorsque ceux-ci sont relativement visibles (*Tableau II.2*). L'observation et/ou la quantification et donc l'estimation de l'importance de ces défauts se fait grâce aux divers appareillages de contrôle et de caractérisation présentés dans ce chapitre.

Moyens de mesure		Défauts d'aspect				Défaut de forme et d'état de surface		
		Arrachements	Irisations	Défauts de coupe	Sub-Surface Damages	Forme	Rugosité	Ondulations
Sans contact	L'œil	×	×	×				
	Microscope optique	×	×	×	×			
	Rugosimètre optique	×	×	×	×		×	×
	Interféromètre					×		×
	Asphéromètre					×		×
	Diffraction des rayons X	×						
Avec contact	Profilomètre mécanique	×	×	×	×	×	×	×
	Microscope à force atomique	×	×	×	×		×	

Tableau II.2 : moyens d'observation et/ou de quantification des différents défauts liés à l'usinage.

Les méthodes permettant non seulement l'observation, mais aussi la quantification de ces défauts, sont représentées par une croix dans le tableau précédent.

Dans ce chapitre, il a été en partie montré que la plupart de ces défauts peuvent être supprimés grâce à une ou plusieurs techniques de fabrication présentées dans le premier chapitre. Ce n'est pas le cas de tous les défauts ; il suffit pour s'en rendre compte de revenir à l'hypothèse (*Chapitre II, §2.1.3*) formulée précédemment : « les arrachements sont liés à la structure du cristal de fluorine. Ils restent présents sur la surface des dioptrés et sont toujours localisés au même endroit, quels que soient les paramètres d'usinage ».

#### 4. Conclusion

Les mesures de forme sphériques ou planes permettent d'atteindre des précisions que les moyens de production qui leur sont associés ne sont pas capables de réaliser. Par contre,

les moyens de fabrication des dioptries asphériques pourraient en théorie produire des surfaces de meilleure qualité que ce que les moyens de mesures associés peuvent quantifier. Et puisque la précision des mesures conditionne en grande partie la réalisation des dioptries et le respect des spécifications, il est donc nécessaire d'améliorer ces mesures afin de pouvoir utiliser entièrement les capacités des moyens de production.

La diffraction des rayons X est donc un atout significatif car elle permet d'appréhender et souvent de quantifier toutes les caractéristiques des cristaux (textures, défauts, orientation...). Cela permettrait d'obtenir des dioptries asphériques de qualité similaire à celle des dioptries sphériques. De surcroît, le fait de pouvoir analyser la structure cristallographique des lentilles en fluorine à chaque étape de la fabrication est un avantage et permet de comprendre les mécanismes d'enlèvement de la matière au fil des usinages mais permet aussi et surtout d'étudier, de maîtriser et d'évaluer les défauts associés aux différents cycles de fabrication, l'objectif final étant de réévaluer les paramètres de fabrication minimisant ou mieux encore supprimant les défauts liés au cristal.

## **Chapitre III : Réalisation de lentilles en fluorine et caractérisations des échantillons**



































### 1.3.1. Les mesures par diffraction des rayons X

Les arrachements présents lors des premières campagnes d'usinage de dioptrés en fluorine n'ont pas pu être supprimés, à la différence des irisations et des défauts de coupe. Ils paraissent plutôt liés à la structure cristalline de la fluorine. Les analyses par diffraction des rayons X (*Annexe III, §5*), sur le système *Dosophatex* (*Figure III.10*) de l'*Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne* <sup>[71]</sup>, ont été utilisées pour essayer de comprendre la relation qui peut exister entre la matière et les arrachements. Ces analyses doivent confirmer ou non l'hypothèse selon laquelle les arrachements se produisent aux endroits où des plans cristallographiques particuliers, les plans de clivages, sont parallèles à la surface usinée.

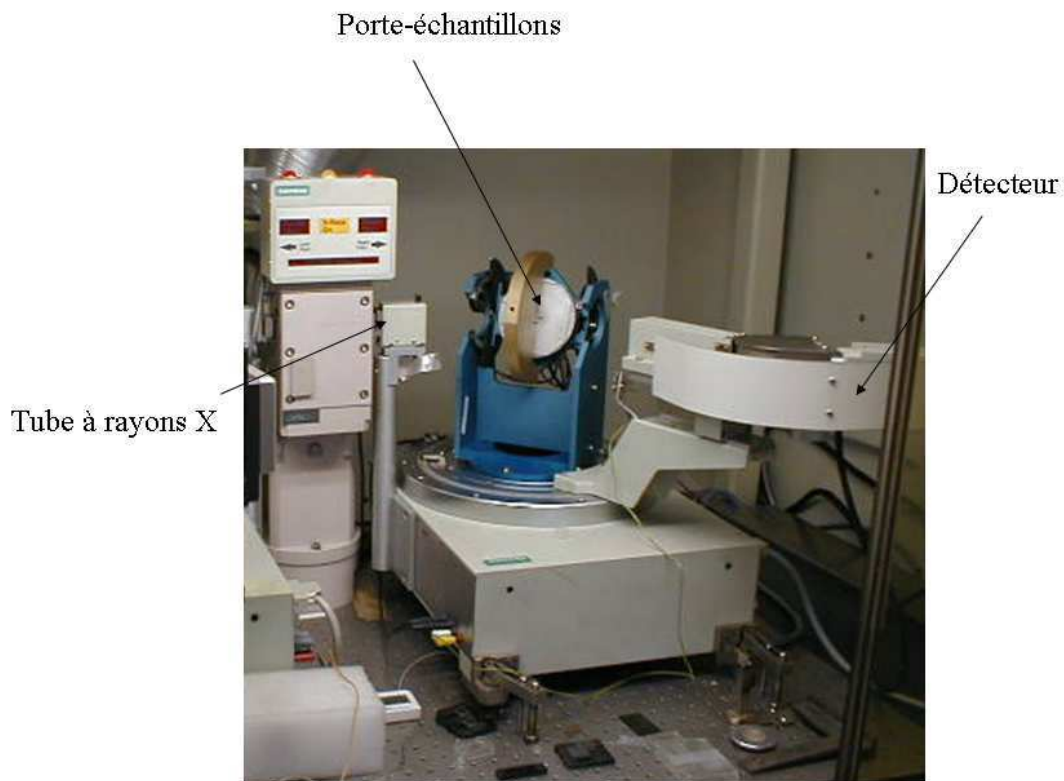


Figure III.10 : ensemble goniométrique *Dosophatex* <sup>[71]</sup> de caractérisation par diffraction des rayons X.

Rappelons que l'usinage à l'outil diamant semble présenter une sensibilité importante à l'orientation cristalline (*Chapitre II, §2.1.3*), autrement dit à l'anisotropie du cristal de fluorine, comme c'est le cas par exemple pour l'usinage de monocristaux d'aluminium. En

revanche, le polissage traditionnel n'est pas affecté par l'orientation cristallographique de la pièce. La cohésion de la matière perpendiculairement à ses plans de clivage est moins importante que suivant les autres directions.

Sur ces zones (*Figure II.5*), l'outil arrache la matière, car ceci nécessite peu d'efforts. Cependant, cette interprétation demande à être confirmée par une nouvelle série d'usinages et par de nouvelles mesures cristallographiques. De surcroît, il peut être intéressant de comparer les mesures par diffraction des rayons X avec celles obtenues par d'autres méthodes (comme la microscopie à force atomique <sup>[72]</sup>) et celles obtenues par des moyens classiques de mesure optique.

































































## **Chapitre IV : Analyses et traitements d'images à l'échelle nanométrique**

Dans ce chapitre nous étudierons l'ensemble des analyses des données issues des appareillages de diffraction des rayons X <sup>[74]</sup>, <sup>[75]</sup>, <sup>[76]</sup>, ainsi que les traitements de base permettant d'interpréter les fichiers obtenus des appareils, en figures de pôles, et donc en images <sup>[77]</sup>. Des analyses plus poussées, reliant les paramètres de forme et d'intensité à la microstructure des dioptrés en fluorine, seront réalisées à partir de ces images. Pour commencer, les traitements donnant la possibilité d'acquérir les images des pôles, de les nettoyer de tous les bruits parasites seront présentés, puis viendront ensuite l'ensemble des analyses localisées au niveau des pôles de diffraction. Dans ce but seront effectués des traitements numériques innovants et peuvent être classés en plusieurs catégories : les traitements spécifiques des images des projections stéréographiques obtenues et les corrections de type géométrique de données instrumentales. Chacune de ces catégories sera l'objet d'une des deux grandes parties de ce chapitre.

### **1. Extraction des données expérimentales**

Il est fondamental d'extraire avec une grande précision, dans le cadre de cette étude, les textures cristallographiques ainsi que les composantes des orientations cristallographiques. Pour étudier ces orientations, nous avons besoin de figures de pôles de haute résolution afin d'éviter la mauvaise détection des pics de diffraction extrêmement localisés et fins <sup>[78]</sup>. Une nouvelle méthode d'analyse, basée sur la diffraction des rayons X et couplée à un traitement des données, a été développée et permet d'obtenir d'excellents résultats <sup>[77]</sup>. Cette méthode de mesure s'avère particulièrement efficace tout en générant des temps de calcul faibles et des fichiers de taille acceptable.

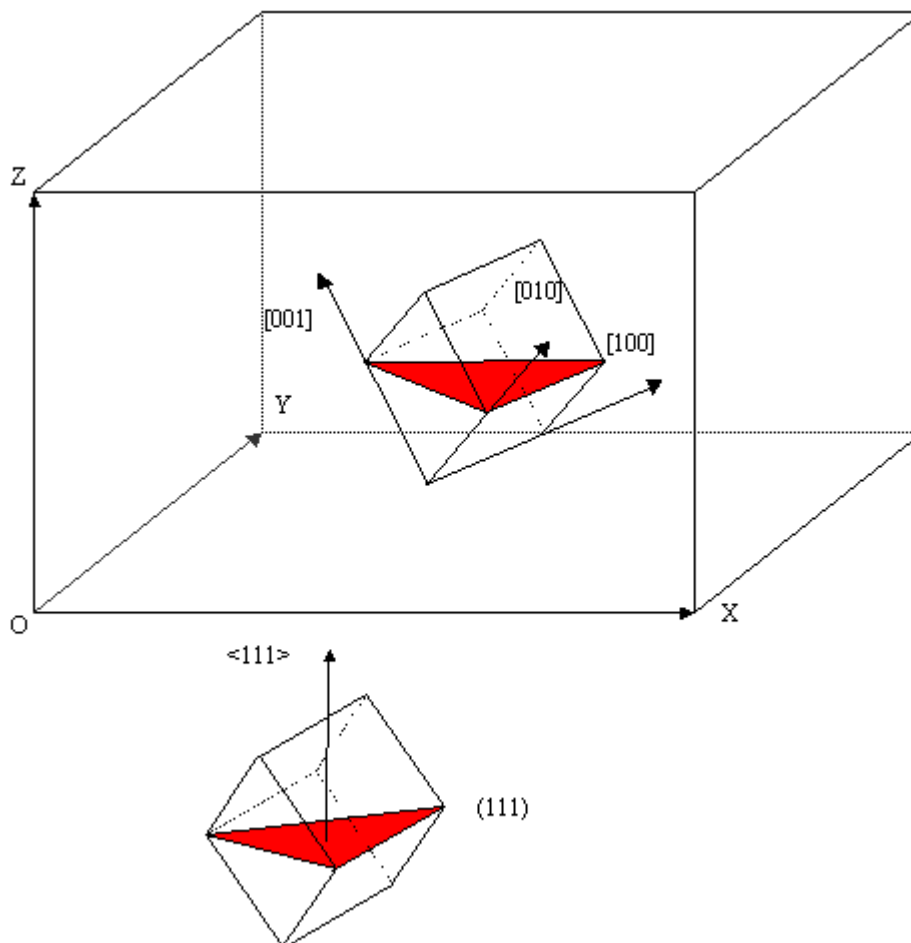
Les figures de pôles sont calculées par analyse d'images et interprétation des données de la diffraction des rayons X. Les fichiers obtenus après cette étape sont bruts et doivent donc être traités afin d'être représentés sous forme d'images : les figures de pôles sont plus faciles à interpréter qu'un tableau ou qu'une liste de points. L'interprétation des données issues du système Dosophatex <sup>[71]</sup> de l'*Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne* se fait par l'intermédiaire d'un logiciel qui a été entièrement développé au cours de cette thèse. Les

études de texture sont réalisées à partir d'appareillages spécifiques que nous avons décrits dans le premier chapitre.

### 1.1. Les figures de pôles

Quels que soient le type d'échantillon et l'appareillage spécifique utilisé, les résultats des mesures et des études quantitatives de texture sont représentés par des figures de pôles <sup>[79]</sup>, <sup>[80]</sup>. Sans entrer trop précisément dans les détails, ces figures vont être décrites ainsi que la façon de les tracer.

Ainsi, pour déterminer les figures de pôles  $\{hkl\}$  d'un échantillon il suffit de localiser, dans tout le demi-espace défini au-dessus de la surface, avec la plus grande précision les normales au plan cristallographique  $\{hkl\}$  existant dans l'échantillon (*Figure IV.1*).



*Figure IV.1 : détermination des normales au plan cristallographique dans l'échantillon <sup>[70]</sup>.*

Une exploration hémisphérique pas-à-pas est réalisée, dans le demi-espace discrétisé en points régulièrement espacés. Par commodité de mesure et pour une plus grande efficacité,

des instrumentations à très haute résolution, qui avaient été développées pour des besoins particuliers de caractérisation rapide (en microélectronique sur les couches minces ou sur les multicouches), ont alors été adaptées aux besoins particuliers de cette étude.

### 1.1.1. Méthode d'analyse des surfaces à explorer

La méthode originale d'analyse<sup>[77]</sup> permet d'effectuer une exploration angulaire (en  $\varphi$  et en  $\psi$ ) complète sur un hémisphère (Figure IV.2) avec une très haute résolution, tout en étant compatible avec des temps de mesure raisonnables.

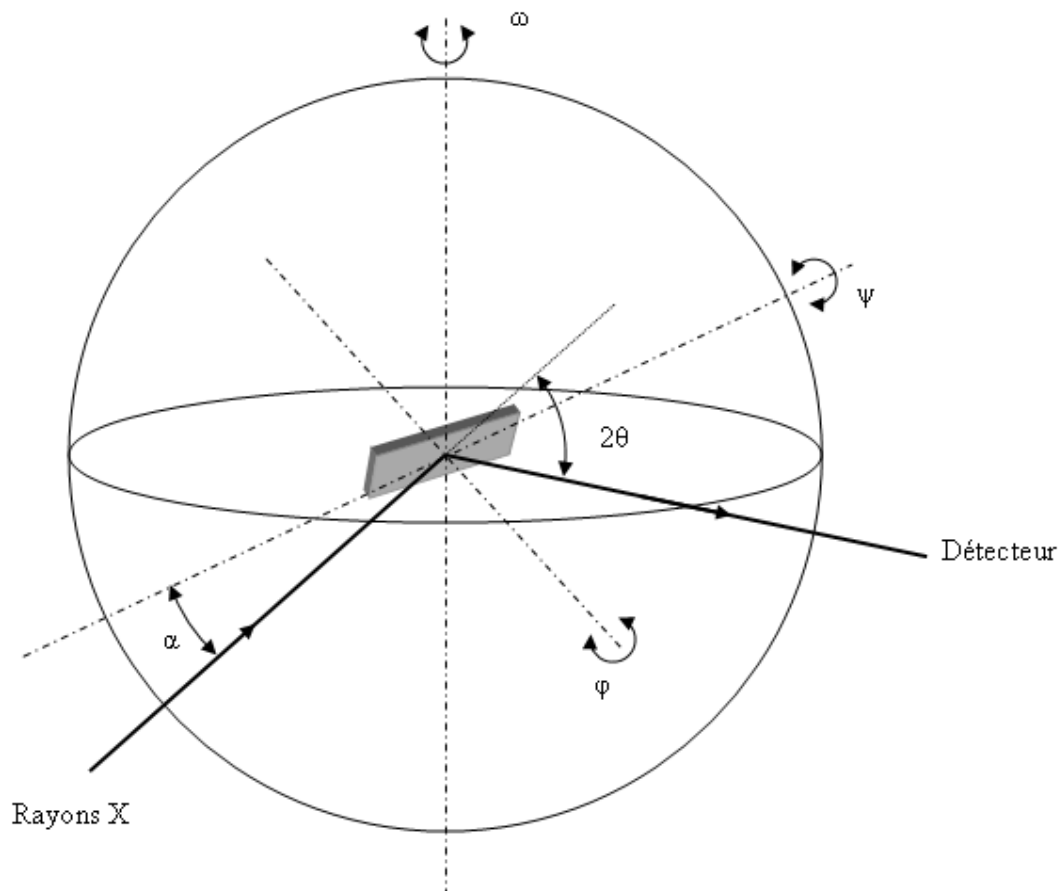


Figure IV.2: configuration expérimentale d'un diffractomètre de texture.

Cette méthode utilise également un maillage hémisphérique adaptatif basé sur les principes suivants :

- D'abord, dans le cas d'un monocristal ou d'échantillons très fortement texturés, l'intensité des rayons X diffractés se trouve localisée dans un angle extrêmement fin. En dehors de cette zone, c'est-à-dire dans la plus grande

partie du domaine exploré, l'intensité est nulle ou presque nulle. Le maximum (ou pic) est alors associé à une intensité très forte.

- Ensuite, il existe des relations angulaires entre les différents pôles de la famille  $\{hkl\}$ . Ces relations dépendent de la multiplicité de  $\{hkl\}$  et de la structure cristallographique du matériau analysé. Compte tenu de la haute résolution et de la largeur des pics  $\{hkl\}$ , les pôles de haute multiplicité peuvent être analysés en vue d'une meilleure détermination de leur répartition.

L'exploration 3D sera faite avec un temps d'acquisition réduit et un mode de codage particulier, ceci afin de limiter les temps de calcul ainsi que l'espace mémoire nécessaire au stockage des informations. Par exemple, des fichiers dont la taille ne dépasse pas la centaine de kilo-octets sont utilisés après codage des informations, alors que plus de 126 méga-octets seraient nécessaires pour stocker les mêmes données, sans codage, dans le cas d'une seule mesure avec une exploration angulaire sur  $360^\circ$  en  $\varphi$  (avec un pas de  $0.5^\circ$ ) et sur  $90^\circ$  en  $\psi$  (avec un pas de  $0.5^\circ$ ).

L'acquisition des données par le logiciel se fait de manière extrêmement rapide. Il convient à ce stade de transformer les données brutes en image : la projection stéréographique permet une représentation des informations en deux dimensions tout en conservant les angles.

### **1.1.2. Projection stéréographique**

La représentation classique de la figure de pôles telle que nous l'étudions, est sa projection stéréographique qui associe à chaque point de la surface de la sphère un point situé dans le plan équatorial de cette sphère <sup>[70], [81]</sup>. Cette projection a la particularité de conserver les angles. L'analyse d'une projection stéréographique permet la mesure des angles entre les directions et donc entre les familles de plans.

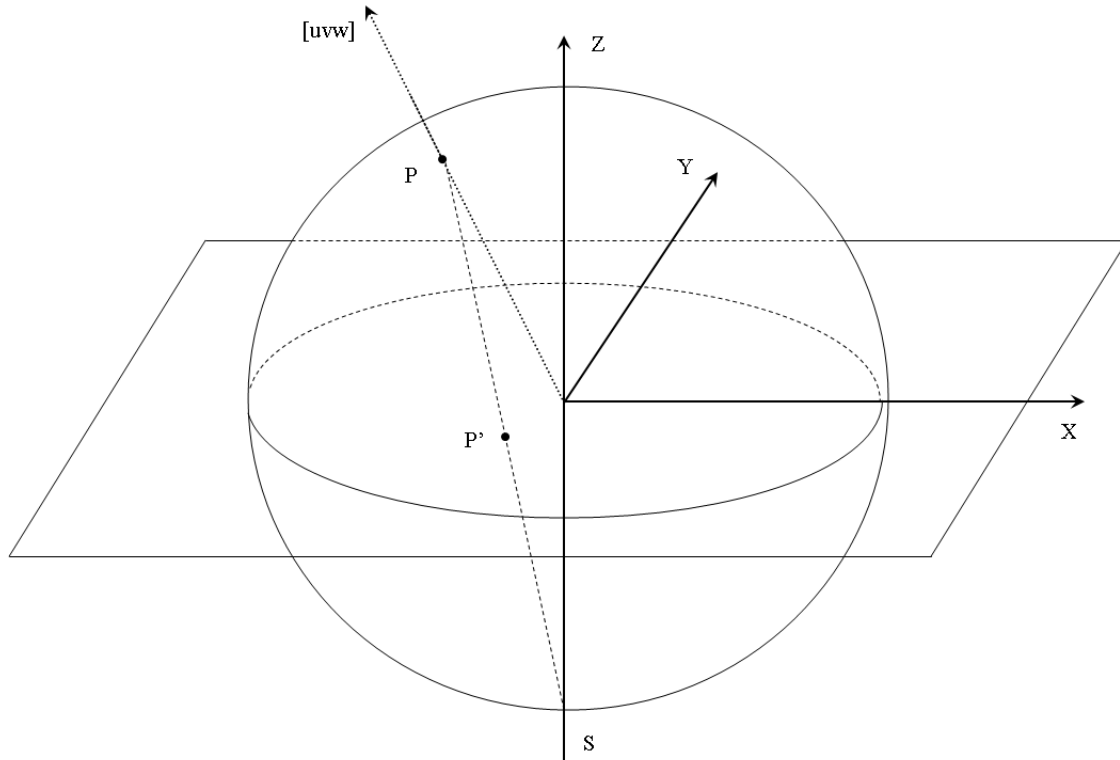


Figure IV.3: principe de la projection stéréographique.

Cette projection est obtenue par le principe suivant : pour un point P de la sphère, on trace le segment [PS] qui lie ce point P au pôle sud S de la sphère, l'intersection entre ce segment et le plan équatorial est un point P', qui, par définition, est la projection stéréographique de P (Figure IV.3).

### 1.1.3. Principe de la méthode

L'image est la représentation des valeurs réelles mesurées, quantifiées selon plusieurs niveaux, ou plusieurs classes. Chaque classe, affichée en fausses couleurs, fait l'objet d'un traitement similaire à l'analyse d'une image en nuances de gris. Ainsi, tous les traitements locaux ou globaux portent sur la valeur quantifiée associée à une couleur, et bien évidemment pas sur le code couleur informatique. Après chaque calcul on restitue l'image en fausses couleurs (Figure IV.4), chacune d'elles est déterminée en fonction de l'appartenance à telle ou telle classe d'intensité.



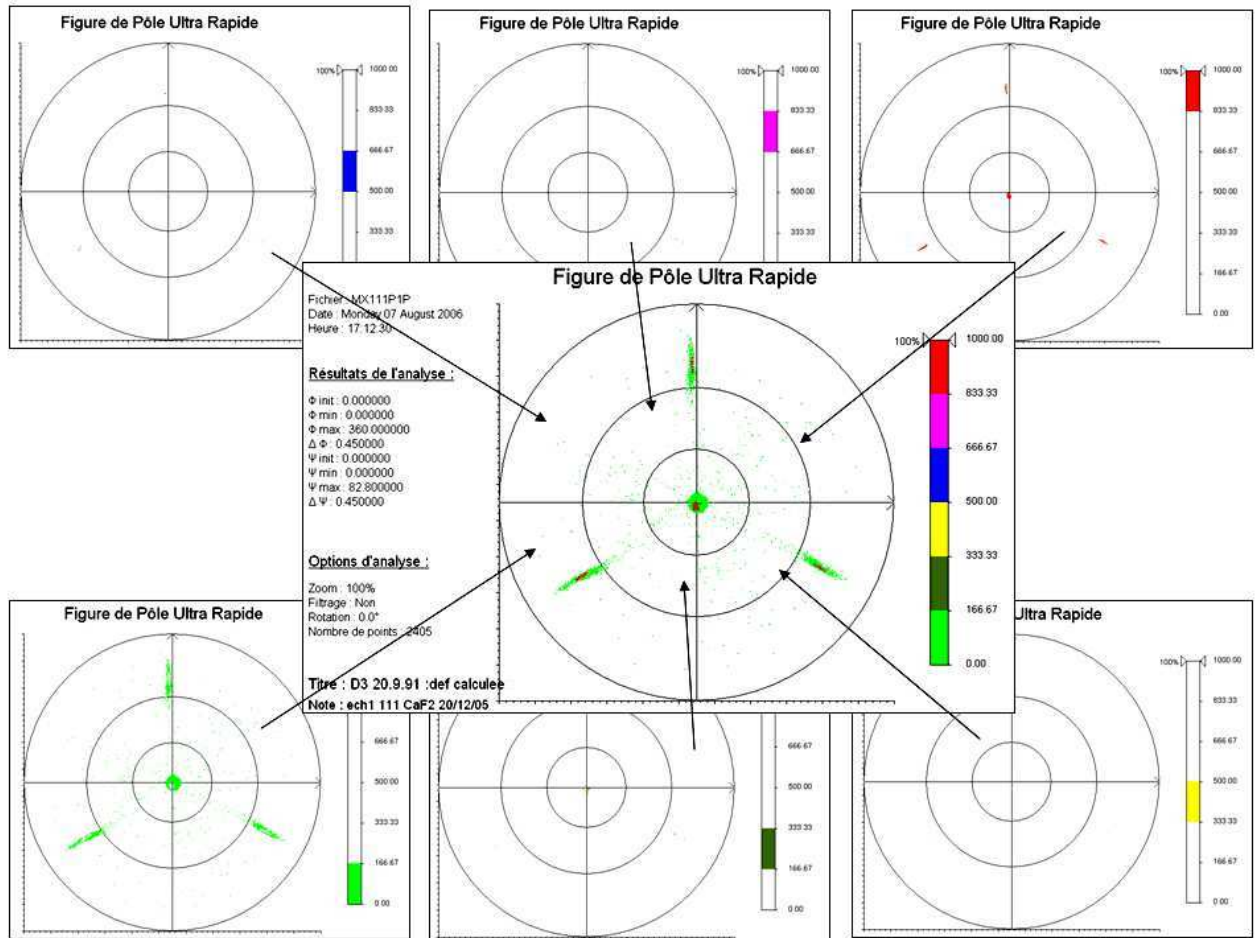


Figure IV.4: figures de pôle {111} reconstruite à partir des différentes classes et représentées en fausses couleurs sur 6 niveaux.

Les intensités des composantes principales sont normalisées afin de pouvoir être facilement réajustées au fil des traitements innovants présentés dans les prochains paragraphes.

Il est nécessaire dans un premier temps de séparer les composantes utiles des composantes parasites : les bruits. Ensuite, une fois les différents bruits éliminés, la seconde étape du traitement consiste à détecter automatiquement les composantes principales, à les indiquer et à déterminer leur orientation ainsi que leur intensité afin de quantifier l'ensemble des paramètres microstructuraux caractérisant le matériau à analyser.

## 1.2. Traitement du bruit

Les bruits présents sur une image proviennent d'origines très diverses : ils peuvent non seulement être liés aux conditions expérimentales et à l'environnement, mais aussi au

matériau, et même aux traitements géométriques effectués lors de l'interprétation des données par le logiciel (projection stéréographique par exemple).

Le bruit de fond provient d'un phénomène d'éclairement (diffusion, fluorescence et rayonnement parasite) ; quant au bruit du matériau, il est représentatif de la mesure de son hétérogénéité. Le bruit propre à l'affichage, appelé aussi « effet de moiré », se caractérise par l'apparition de pixels « blancs » au sein des pics et correspond à une absence d'information en certaines coordonnées, accentuée par divers traitements géométriques (rotation de l'image, projection stéréographique...).

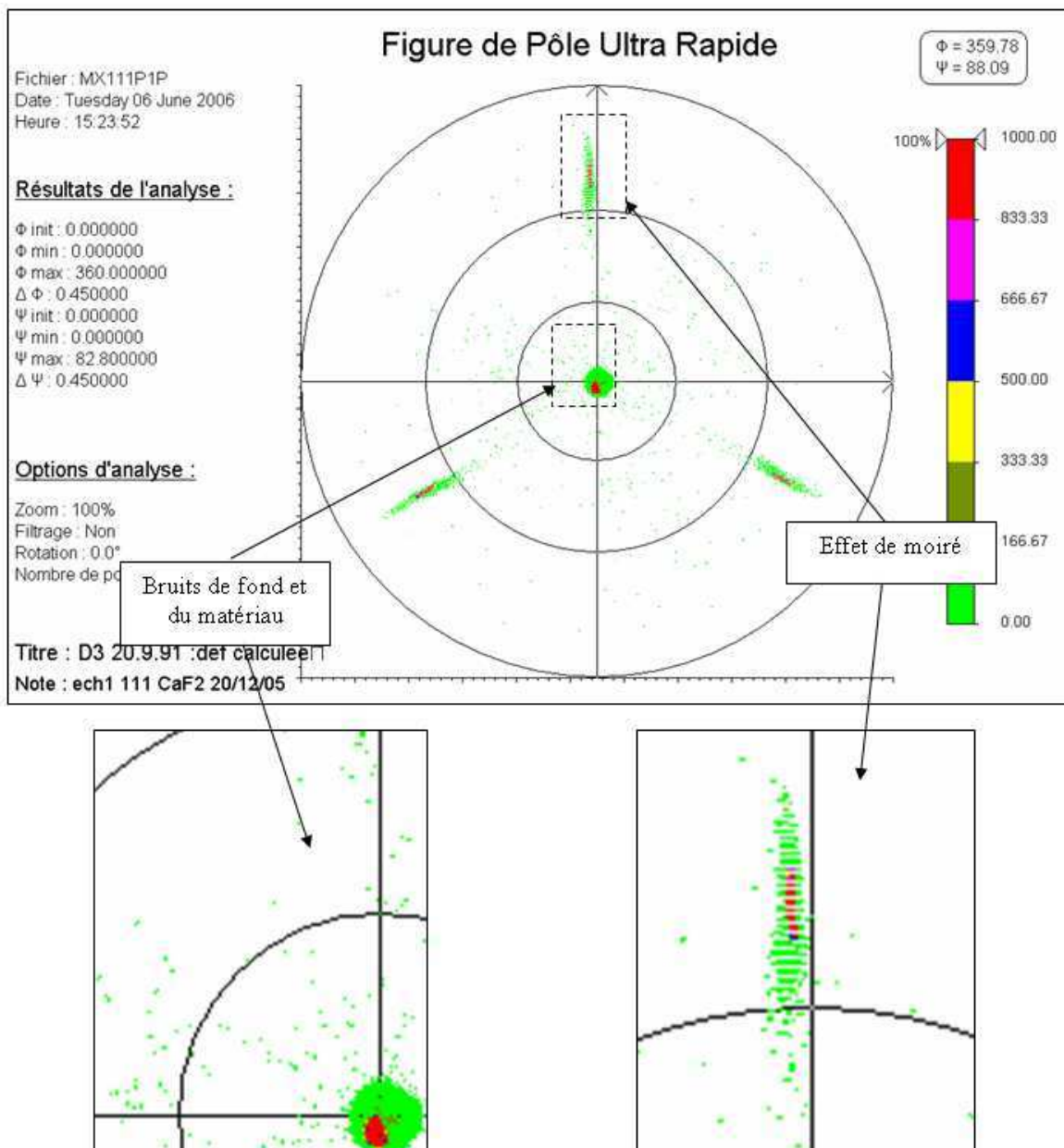


Figure IV.5 : figure de pôle {111} bruitée.

Inversement, les deux premiers types de bruits se caractérisent par l'apparition de points superflus, plus ou moins étendus, situés dans les faibles intensités et répartis sur l'ensemble de l'image (*Figure IV.5*).

Les données doivent impérativement être traitées de façon à obtenir une image propre et analysable avec le minimum d'erreurs possible. L'ensemble des bruits cités précédemment est donc corrigé au niveau des données brutes directement issues des appareillages à rayons X après acquisition par le logiciel et avant représentation en fausses couleurs <sup>[82]</sup>. La plupart des méthodes de suppression du bruit utilisées dans le logiciel développé sont basées sur du filtrage. Le principe en est expliqué dans le paragraphe suivant.

### 1.2.1. Filtrage et convolution

Puisque les bruits sont de provenance variée, les traitements vont donc différer suivant leurs origines. Dans le cas de bruit de fond ou du bruit lié à l'hétérogénéité du matériau, il est nécessaire de supprimer les pixels superflus de l'image. Inversement, il est judicieux de combler les zones laissées vides par l'absence de pixels dans le cas de la présence d'effet de moiré.

La plupart des traitements des bruits sont basés sur du filtrage, par l'utilisation de masque de convolution <sup>[77]</sup>. L'application de ce dernier à une image numérique se fait en considérant :

- Une image  $I$  de largeur  $L$  et de hauteur  $H$ , de coefficients  $I_{i,j}$  (pour  $i$  variant de 1 à  $L$  et  $j$  variant de 1 à  $H$ ).
- Un masque carré  $M$ , de taille  $3 \times 3$  par exemple, de coefficients  $M_{k,l}$  (pour  $k$  variant de 1 à 3 et  $l$  variant de 1 à 3).

La forme matricielle généralement employée du masque précédent de taille  $3 \times 3$ , est (*Équation IV.1*) :

$$M = \begin{bmatrix} M_{-1,-1} & M_{-1,0} & M_{-1,1} \\ M_{0,-1} & M_{0,0} & M_{0,1} \\ M_{1,-1} & M_{1,0} & M_{1,1} \end{bmatrix}$$

Équation IV.1

L'image I' de taille (L-1)×(H-1) résultant de la convolution de l'image I par le masque M est obtenue par la formule ci-dessous (Équation IV.2) .

$$\begin{aligned} I'_{i,j} = & M_{-1,-1} \times I_{i-1,j-1} + M_{-1,0} \times I_{i-1,j} + M_{-1,1} \times I_{i-1,j+1} \\ & + M_{0,-1} \times I_{i,j-1} + M_{0,0} \times I_{i,j} + M_{0,1} \times I_{i,j+1} \\ & + M_{1,-1} \times I_{i+1,j-1} + M_{1,0} \times I_{i+1,j} + M_{1,1} \times I_{i+1,j+1} \end{aligned}$$

Équation IV.2

En condensant l'écriture précédente, la formule devient alors (Équation IV.3) :

$$I'_{i,j} = \sum_{k=-1}^1 \sum_{l=-1}^1 M_{k,l} \times I_{i+k,j+l}$$

Équation IV.3

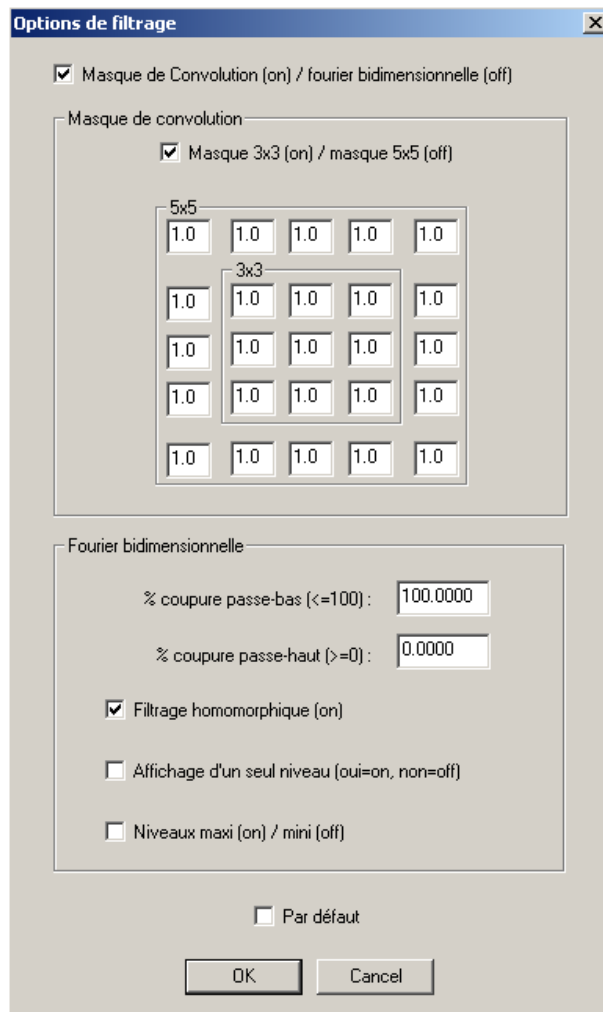


Figure IV.6 : partie spécifique du logiciel destiné à tester différents filtres.

Lors de sa phase de développement, une importante partie du logiciel a été spécialement conçue afin de pouvoir tester différentes sortes de filtres, de taille et de coefficients variables afin d'optimiser la suppression du bruit (Figure IV.6).

### 1.2.2. Les bruits de fond et du matériau

Ces deux bruits sont relativement proches et même confondus au niveau de l'affichage et leur traitement se fait au niveau du logiciel de manière identique (Figure IV.7 et Figure IV.8). Différentes méthodes ont été utilisées afin d'optimiser le rendu de l'image et donc de minimiser les effets sur les pôles.

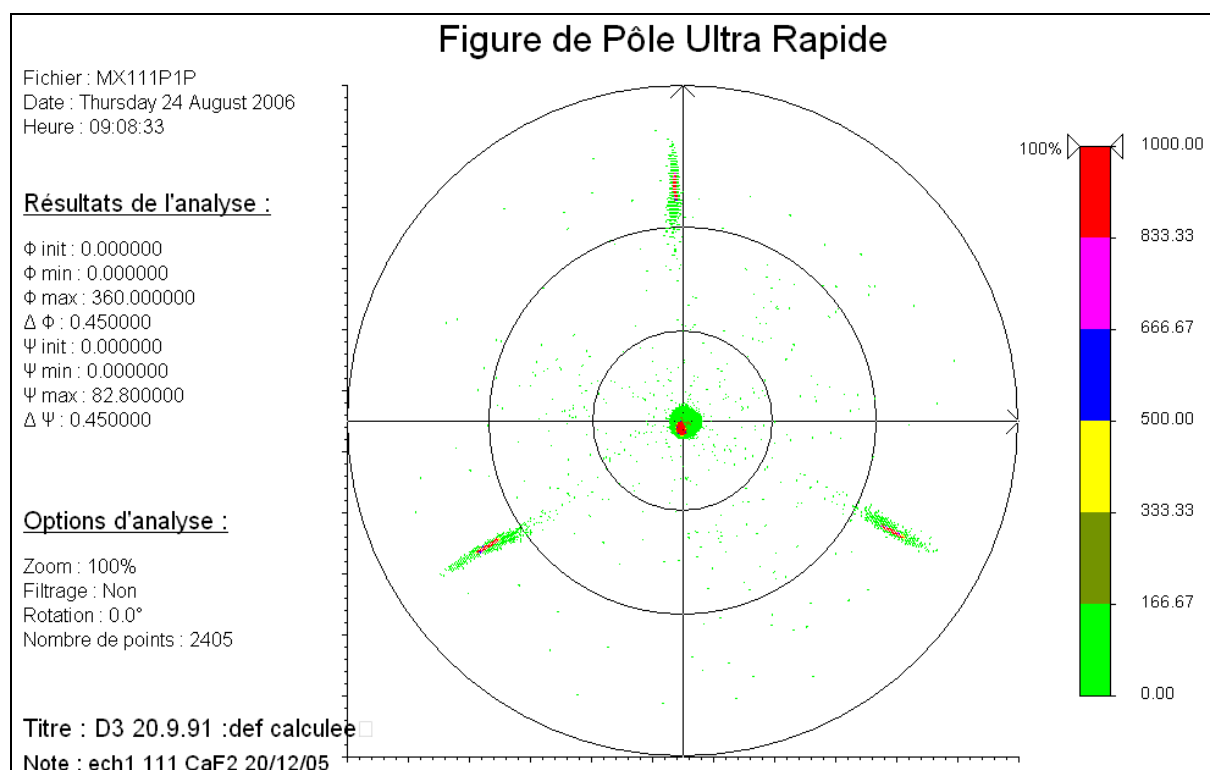


Figure IV.7 : image originale bruitée.

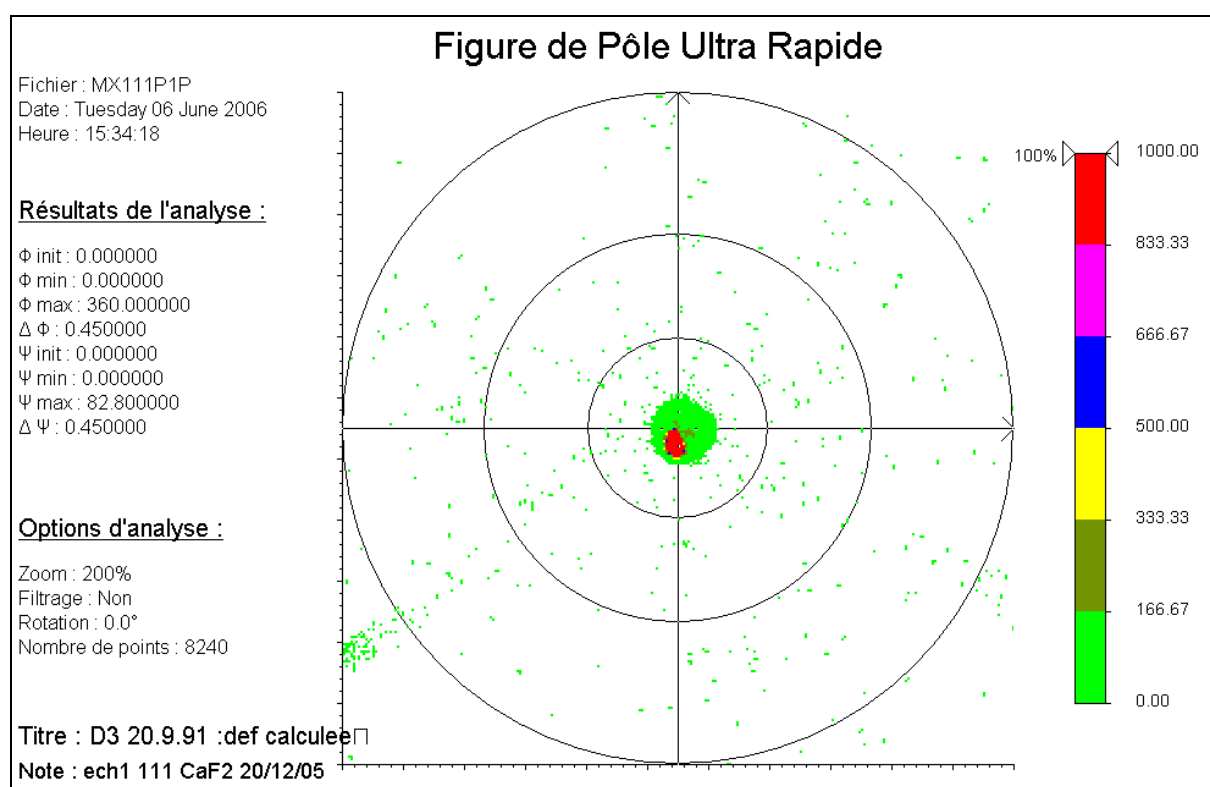
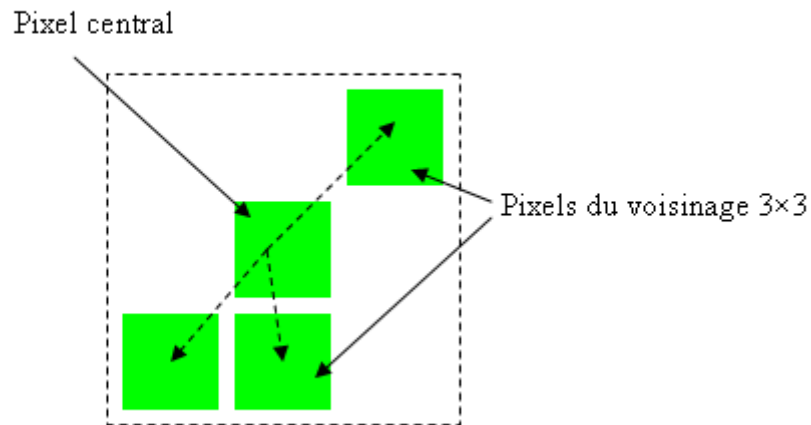


Figure IV.8 : agrandissement (x2) de la zone centrale de l'image bruitée.

Ainsi, la première des méthodes testées est basée sur un filtrage topologique. C'est celle qui donne les meilleurs résultats et est explicitée ci-dessous. Mais, avant d'entreprendre

tout traitement, il est bon de faire une constatation : les bruits de fond et du matériau sont représentés par des pixels d'intensité très faible et vont se situer dans la classe d'intensité la plus basse dans la répartition en fausses couleurs de l'image.

Le traitement retenu consiste à compter le nombre de voisins du point central (non nul). Le bruit étant généralement localisé, et représenté sous forme de taches peu étendues (quelques pixels<sup>2</sup> en terme de surface). Le nombre de voisins non nuls (sur un voisinage 3×3 ou 5×5) est ensuite comparé à un seuil (fixé après plusieurs essais à 5 dans le cas d'un masque de taille 3×3 et à 13 dans le cas d'un masque de taille 5×5) ; en dessous de celui-ci (*Figure IV.9*), le pixel central est considéré comme du bruit, car il possède des pixels voisins de valeur nulle, au-dessus du seuil il fait partie intégrante d'un pôle (*Figure IV.10*).



*Figure IV.9 : pixel central assimilé à du bruit et possédant 3 voisins.*

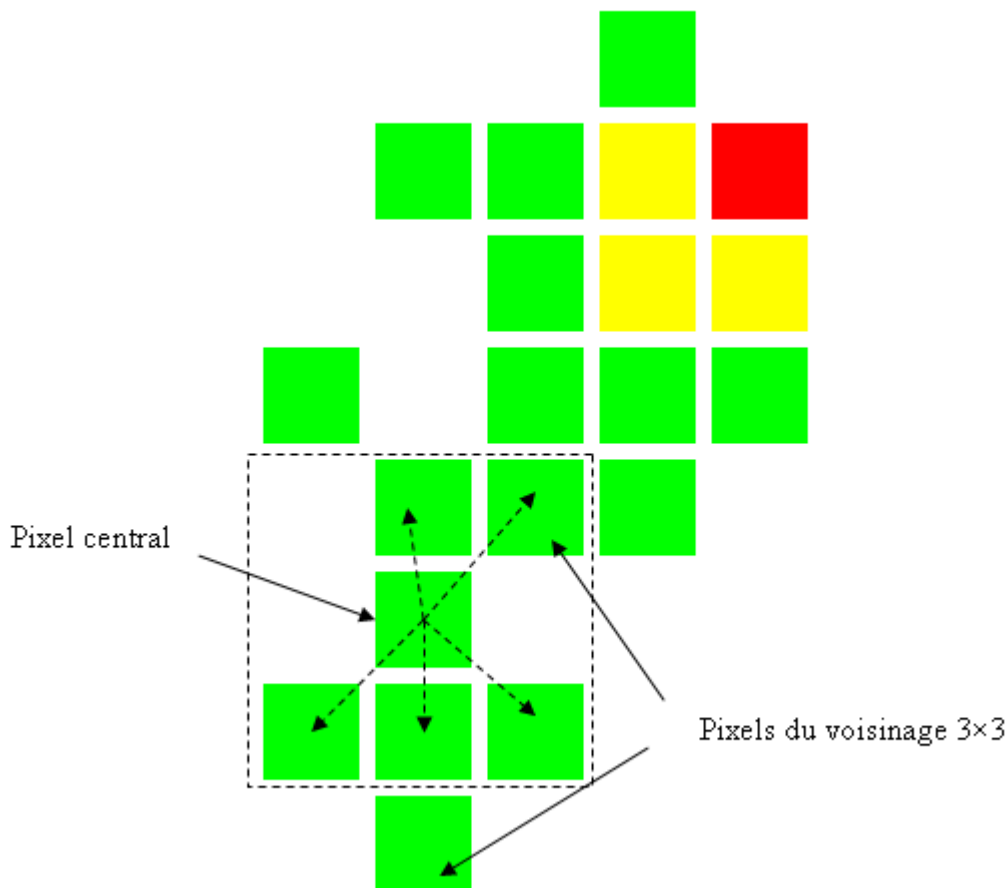


Figure IV.10 : pixel central appartenant à un pôle et possédant 5 voisins en bordure d'un pôle.

Sachant que les bordures des pôles peuvent interférer avec du bruit, il est également nécessaire de « lisser » les contours, ce que fait très bien cette méthode, comparable à un filtrage morphologique<sup>[83], [84], [85]</sup>.

En outre, cette notion de seuil n'existe que pour les pixels de faible intensité (représentés en vert dans la répartition en fausses couleurs) et n'altère donc pas les pics d'intensité élevée (Figure IV.11 et Figure IV.12).



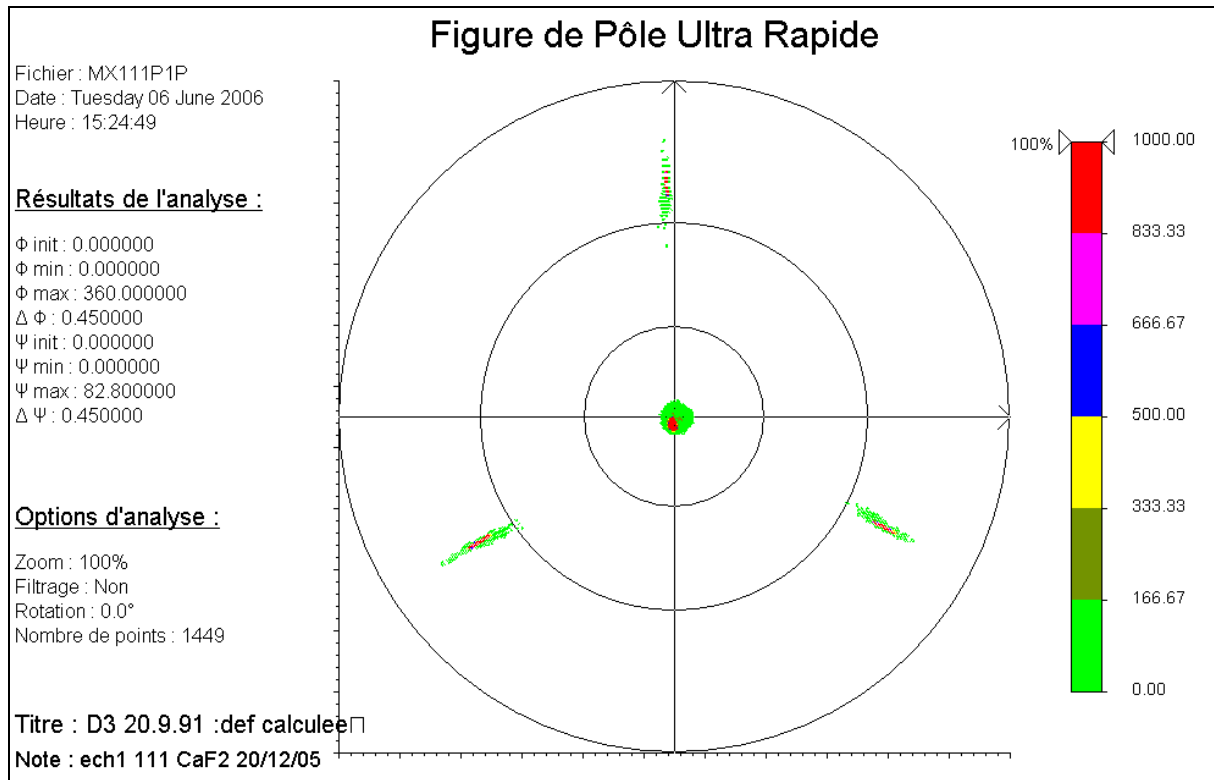


Figure IV.11 : après suppression du bruit de fond et du matériau.

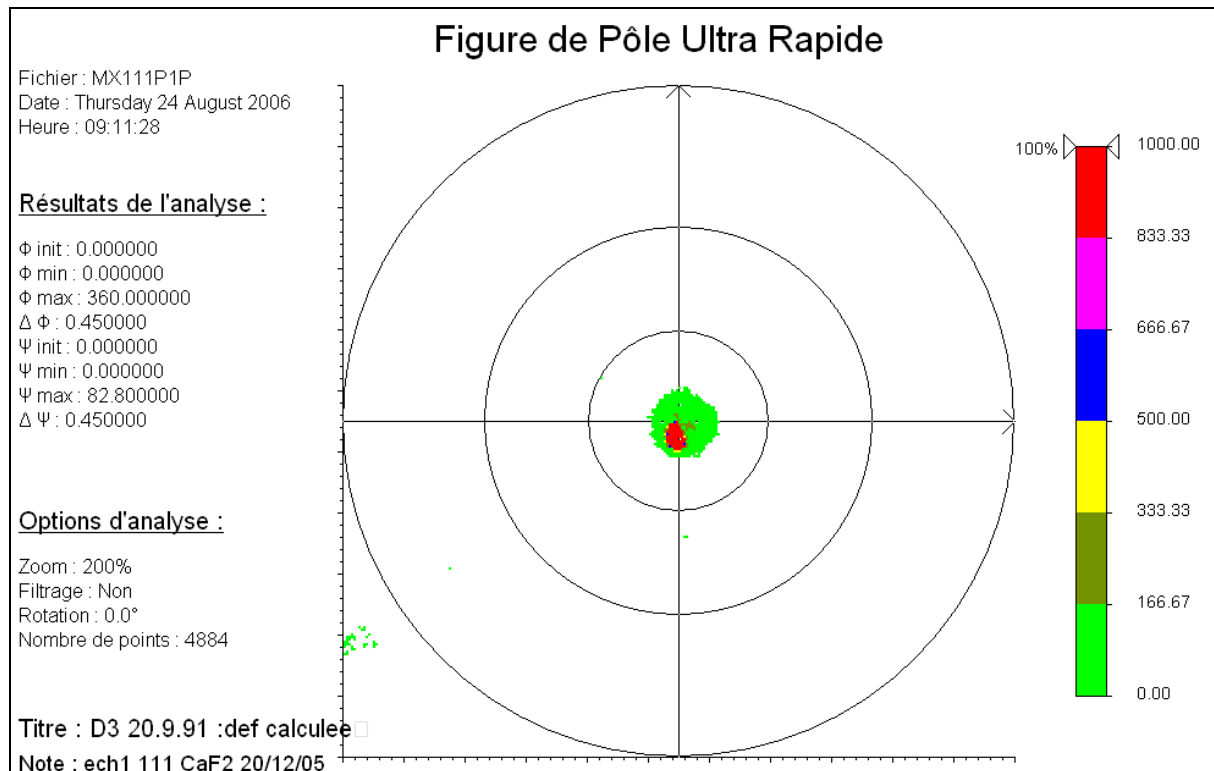


Figure IV.12 : agrandissement (x2) de la zone centrale de l'image débruitée.

D'autres méthodes ont été testées mais ont été jugées moins efficaces. Elles sont principalement basées sur la minimisation de l'entropie <sup>[86]</sup>, sur des filtres passe-bande, ou sur la répartition de l'intensité des points (Figure IV.13).

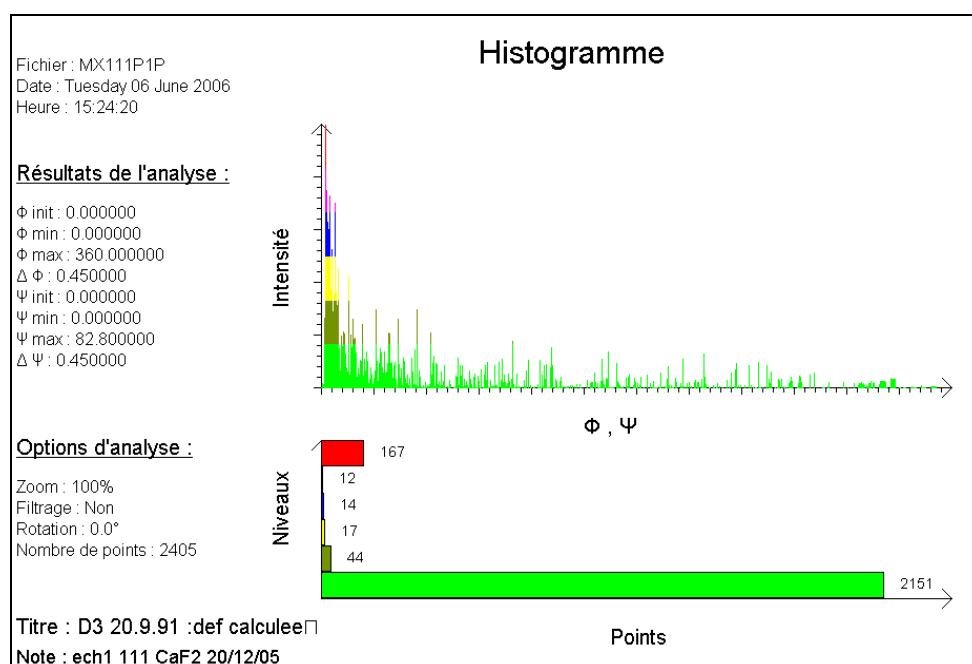


Figure IV.13 : répartition de l'intensité des points.

Ces méthodes ont donné des résultats moins convaincants et ont conduit à l'apparition d'erreurs (du bruit non supprimé) ou à une perte d'information (des pôles partiellement effacés).

### 1.2.3. Les effets de moiré

Contrairement aux bruits de fond et du matériau, les effets de moiré correspondent à une absence d'information (*Figure IV.14*), il convient donc de combler ces zones exemptes de toute information, c'est-à-dire vides de tout pixel.

Deux méthodes ont été testées. La première consiste à utiliser un masque « moyenneur », où la valeur d'un pixel est calculée proportionnellement à la moyenne de ces voisins non nuls. La seconde méthode, d'une manière plus radicale, consiste à prendre comme valeur du pixel le maximum de ses voisins non nuls : on procède à une dilatation morphologique. Cependant cette dernière méthode ne donne pas les meilleurs résultats, c'est donc la première qui a été employée.

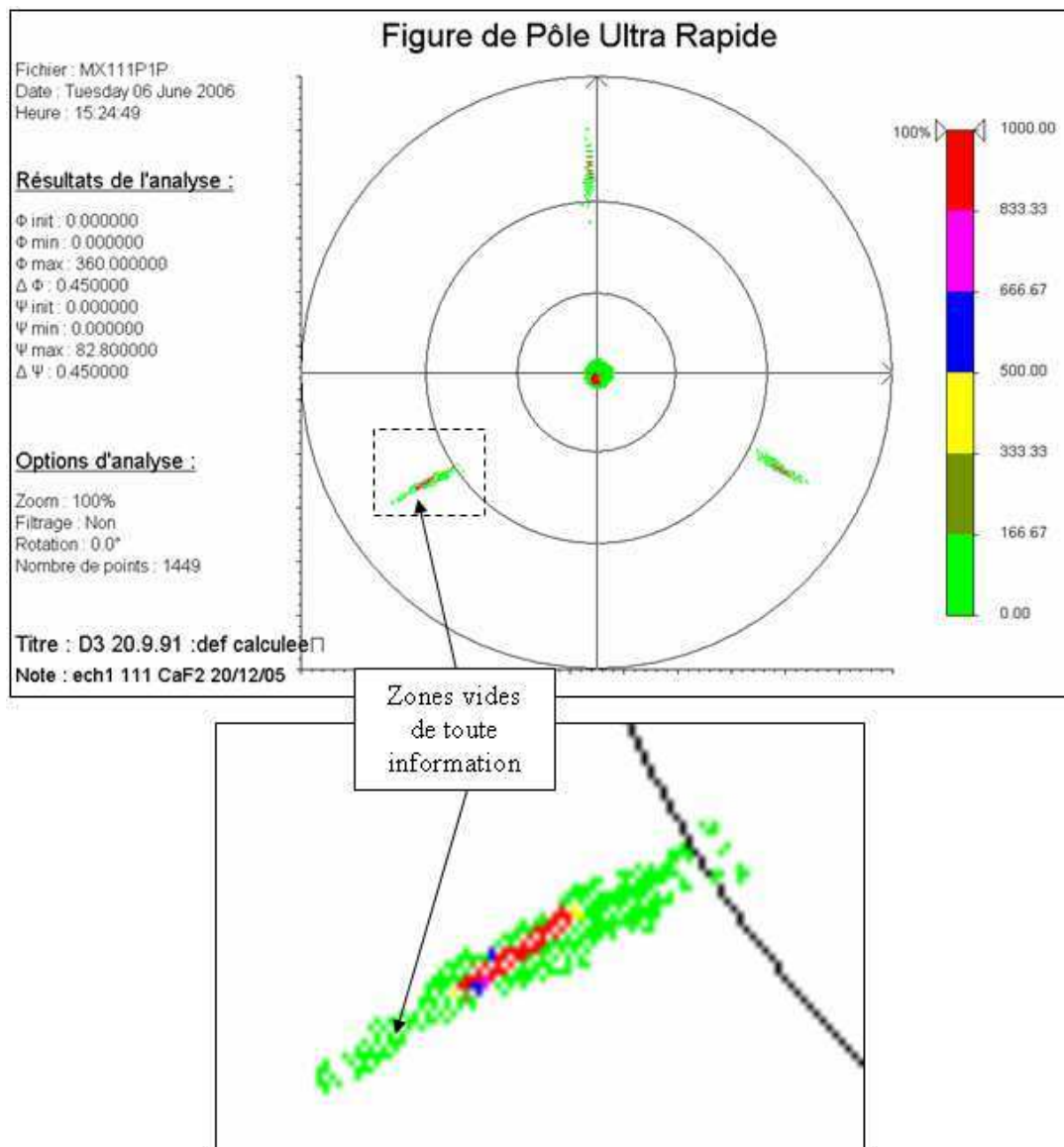


Figure IV.14 : image originale (en haut) et agrandissement d'un des pics (en bas) avant correction des effets de moiré.

La figure suivante (Figure IV.15) illustre ce second exemple avec un masque moyennneur de taille 3×3.

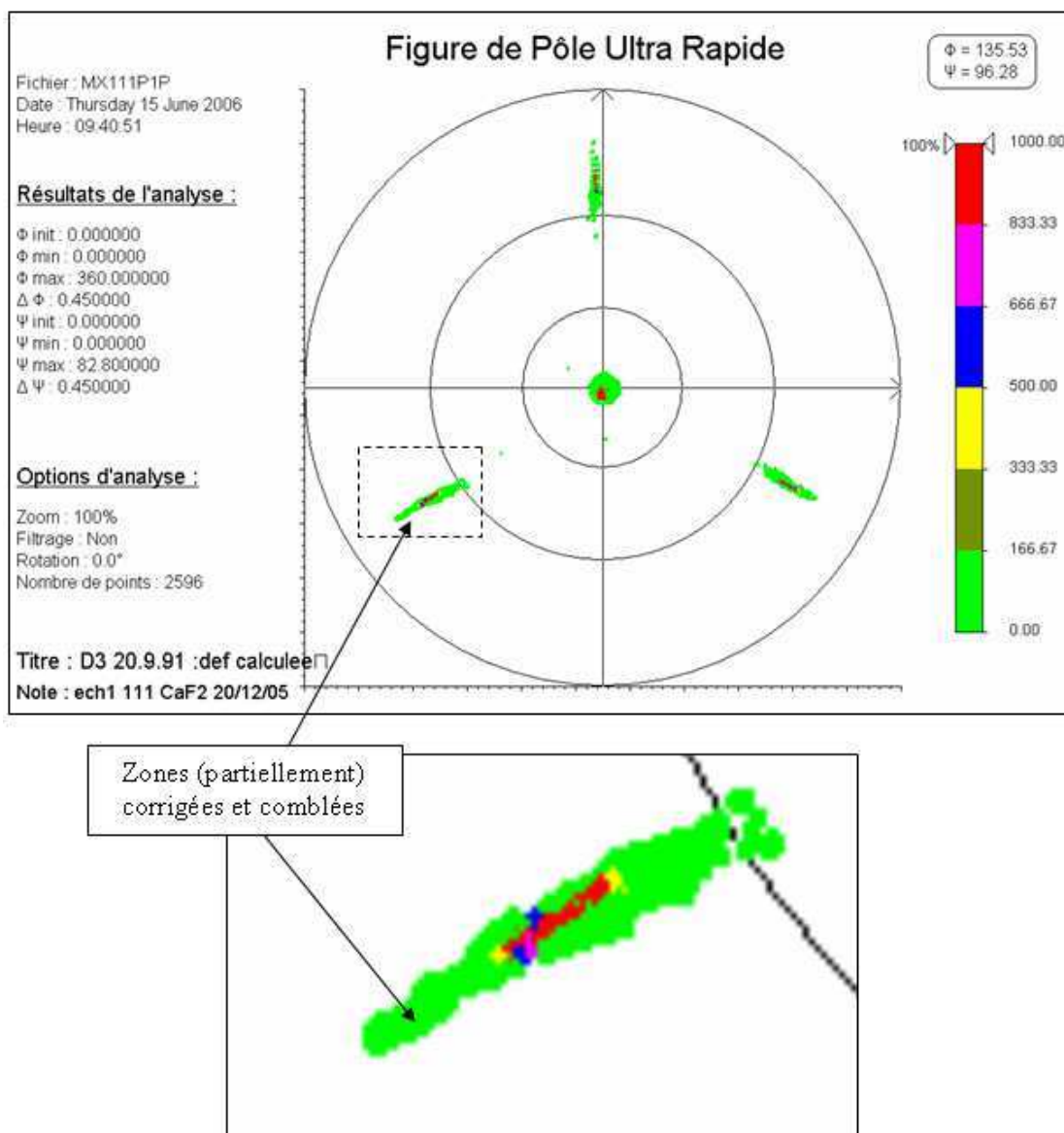


Figure IV.15 : image originale (en haut) et agrandissement d'un des pics (en bas) après correction des effets de moiré.

Contrairement au filtre précédent (*Chapitre IV, §1.2.2*) qui s'applique uniquement au pixel central et n'affecte donc pas ses voisins, la correction des effets de moiré se fait sur l'ensemble de l'image. L'intensité de tous les points s'en trouve alors modifiée. La restitution de l'image en fausse couleurs et le réajustement des niveaux d'intensité permet de corriger de manière fiable les effets du masque moyeneur.

### 1.3. L'orientation et la quantification des pôles

Une fois les bruits éliminés, il est alors possible de passer à la seconde étape importante de la détection des pôles. A ce stade, l'image se trouve corrigée de tout bruit et

présente des composantes principales. L'étape suivante consiste à détecter ces composantes, à les indiquer et à déterminer leur orientation ainsi que leur intensité.

Nous travaillerons pour cette raison sur un pôle caractéristique de ceux d'une même famille de plans cristallographiques. Cela est possible avec l'association de plusieurs traitements. Différentes étapes vont s'enchaîner dans le but d'obtenir des profils de pôles facilement analysables. D'abord, l'image doit être traitée afin que les pôles soient moyennés. Ensuite, chacun des pôles va être successivement ramené au centre, puis ils vont être sommés. Enfin, un pôle « moyen » ou « équivalent » est alors calculé comme moyenne de l'ensemble des pôles centrés et est représentatif des différents pôles de l'image. Ce sont ces traitements originaux qui vont maintenant être étudiés dans cette partie.

### **1.3.1. La rotation automatique**

La rotation automatique consiste à ramener au centre un pic de diffraction choisi. Cette opération simule la rotation du cristal dans le repère du diffractomètre. C'est une étape intermédiaire indispensable avant de pouvoir calculer l'ensemble des paramètres de texture. Il s'agit d'une rotation d'angles  $\varphi$  et  $\psi$ , dans laquelle  $\varphi$  et  $\psi$  correspondent aux coordonnées polaires du centre du pôle, appelé également pic. Lors de cette phase,  $\varphi$  est compté de  $0^\circ$  à  $360^\circ$  dans le sens trigonométrique positif, et  $\psi$  radialement de  $0^\circ$  à  $90^\circ$ .

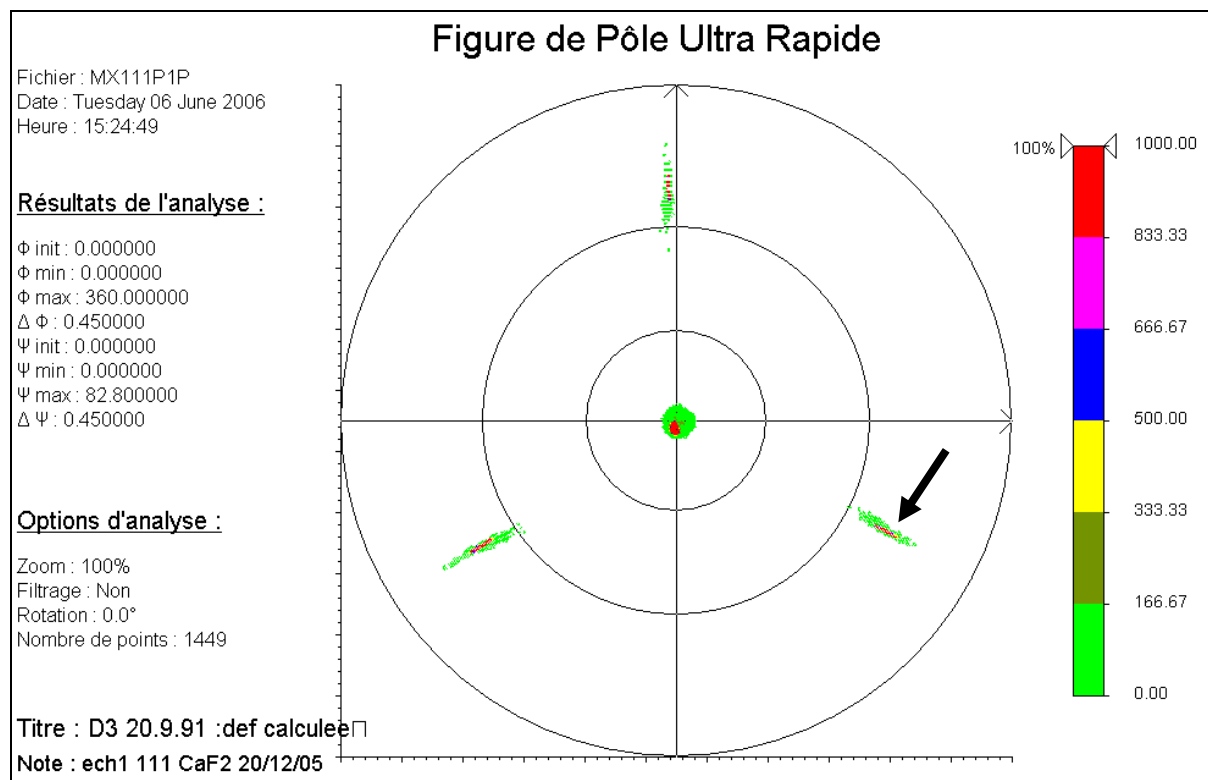


Figure IV.16 : image originale débruitée.

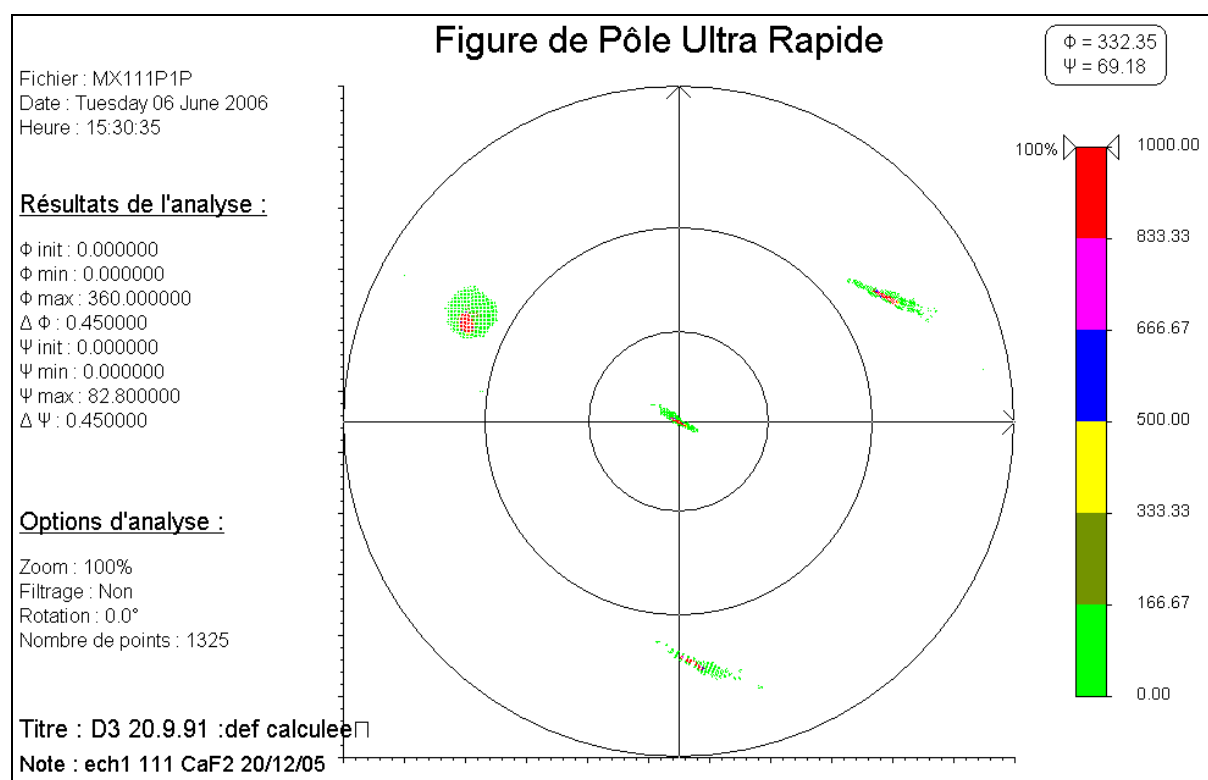


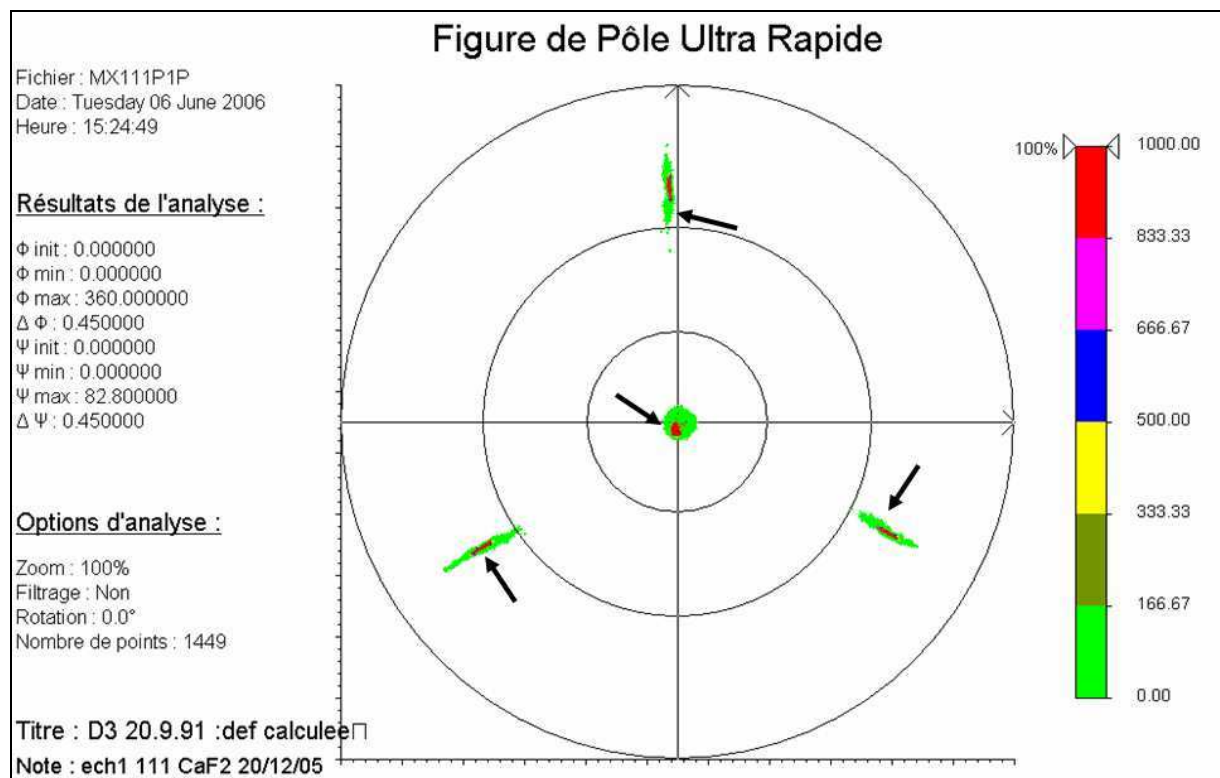
Figure IV.17 : rotation automatique de l'image débruitée.

Le principe en est relativement simple, puisqu'il suffit, après avoir choisi un pic (Figure IV.16), de reconstituer la figure de pôle en trois dimensions, de faire tourner l'image

afin de positionner le pôle sélectionné au sommet (c'est-à-dire au pôle nord dans sa représentation stéréographique), puis d'effectuer une nouvelle projection de la figure de pôle ainsi calculée (*Figure IV.17*).

### 1.3.2. Le pôle équivalent

Cette étape consiste à déterminer l'ensemble des pôles d'une même famille de plans cristallographiques et à obtenir un pôle représentatif de cette famille. Pour cela, il convient de ramener tous les pôles au centre de la mire et de les sommer successivement, puis d'en faire une moyenne afin d'obtenir un pôle, représentatif de l'ensemble de la figure, appelé pôle équivalent.



*Figure IV.18 : image originale débruitée, avec les 4 pôles d'une même famille {111}.*

C'est à partir de ce pôle qu'on pourra travailler et extraire l'ensemble des composantes de la microstructure.

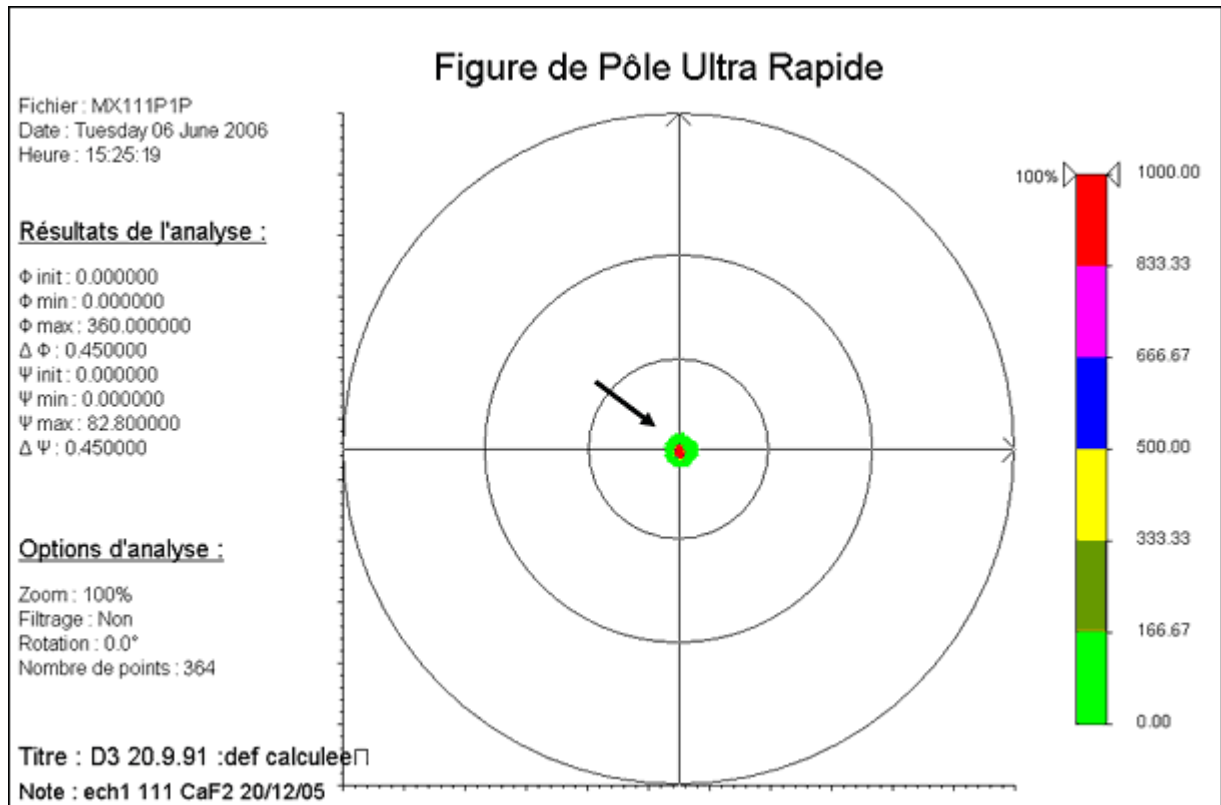


Figure IV.19 : image originale débruitée, avec le pôle équivalent aux 4 pôles précédents

Concrètement, les pôles d'une même famille (Figure IV.18) sont respectivement ramenés au centre grâce à la rotation automatique implémentée précédemment (Chapitre IV, §1.3.1) et une image moyenne des pics est calculée : les pôles d'une même famille sont identifiés, centrés automatiquement, puis sommés et enfin une moyenne est établie (Figure IV.19).

### 1.3.3. Détermination des paramètres géométriques

Une fois les étapes précédentes effectuées, la dernière phase consiste à prélever un profil de ces pôles moyens et à comparer celui-ci à ceux obtenus par des méthodes théoriques [77]. Ce profil est mesuré en passant par le centre du pôle moyen calculé pour l'estimation de la microstructure après étude des effets dus au montage expérimental (Figure IV.20).



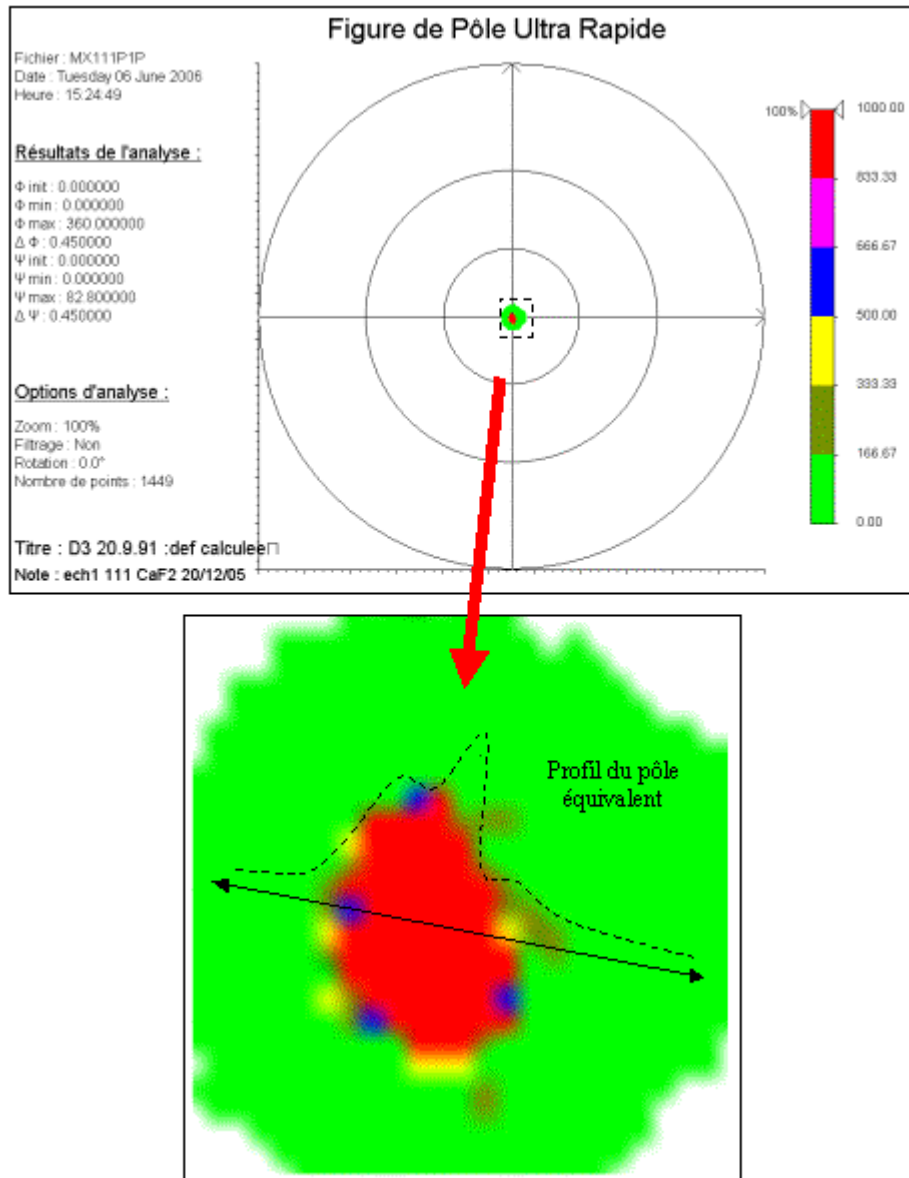
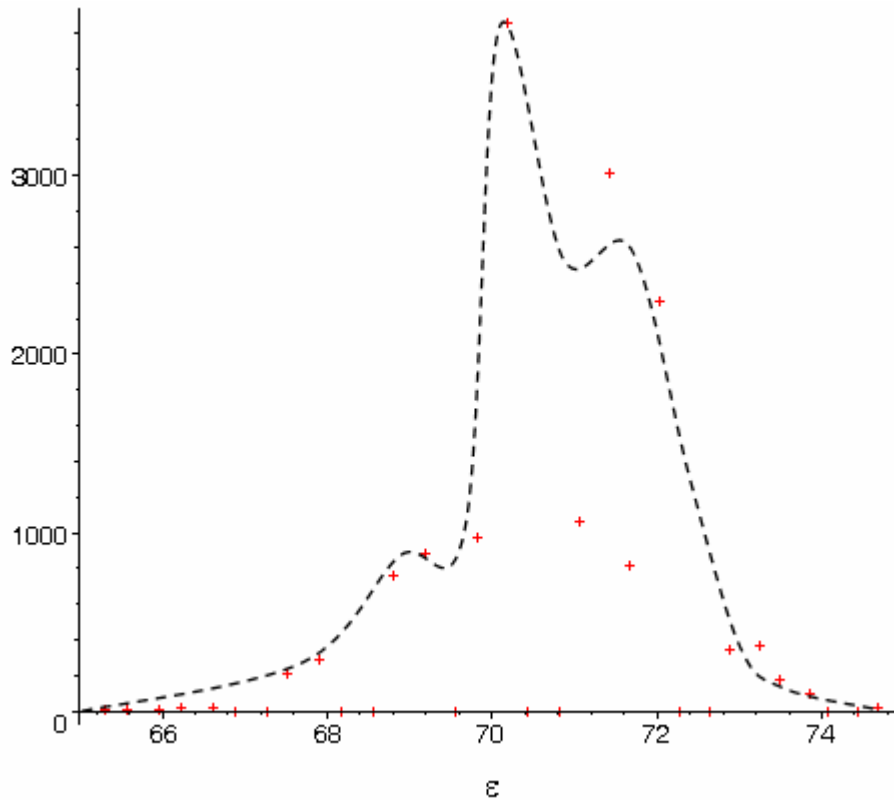


Figure IV.20 : détermination des paramètres géométriques de longueur et de position du pic à partir du pôle équivalent.

Les paramètres microstructuraux liés à l'échantillon sont évalués au niveau des profils des pôles équivalents (*Graphique IV.1*) par la mesure de certains paramètres géométriques tels que la largeur à mi-hauteur et la position du centre des pics.



Graphique IV.1 : exemple d'un profil discrétisé d'un pôle et la courbe continue représentative de ce profil

Les profils des pôles calculés puis corrigés pourront finalement être comparés à des profils obtenus de manière théorique, après correction de divers effets instrumentaux dus aux appareillages de diffraction par rayons X, à la nature de l'échantillon et à l'environnement (*Chapitre IV, §2*).

## 1.4. Conclusion

A l'heure actuelle ce logiciel est un outil puissant qui permet une analyse de texture rapide, à la fois par les saisies de données et par les algorithmes utilisés qui reposent sur des fonctions quasi linéaires du maillage. Les informations issues des appareillages peuvent alors être utilisées et des renseignements importants sur la microstructure peuvent en être dégagés avec une grande précision.

Les données obtenues de la diffraction des rayons X sur les différents échantillons réalisés au cours de cette thèse ont été analysées. Les paramètres réels de texture ont été extraits et peuvent être ensuite comparés à ceux obtenus par une analyse théorique des différents effets instrumentaux, liés à la méthode de mesure, que nous verrons dans le prochain chapitre.

## 2. Effets instrumentaux

A partir des figures de pôles créées, il est possible, par la suite, de procéder à une seconde analyse ciblée non plus sur l'image dans sa globalité, mais sur les différents pôles la constituant. Ainsi, à partir d'une analyse géométrique, non seulement l'orientation cristallographique du cristal étudié, mais aussi les paramètres liés à sa texture, à sa mosaïcité et aux microcontraintes, pourront être déterminés. La première étape va consister à corriger ces pôles : il s'agit là en réalité d'une étape visant à supprimer l'influence de tous les paramètres extérieurs pouvant influencer sur les résultats des mesures. C'est ensuite, et seulement ensuite que les pôles seront véritablement analysés et que les données de structure du matériau seront extraites.

Quelle que soit la qualité des réglages utilisés, la géométrie des montages de diffraction introduit un certain nombre d'aberrations qui conduisent à l'obtention de raies plus ou moins symétriques, plus ou moins larges, plus ou moins décalées par rapport à l'angle de diffraction attendu. Chacune de ces aberrations, produites par différents éléments de l'appareillage, sera détaillée. La fonction obtenue par convolution des différentes fonctions élémentaires associées à chacune des aberrations, est appelée « fonction d'appareil » ou « fonction instrumentale ».

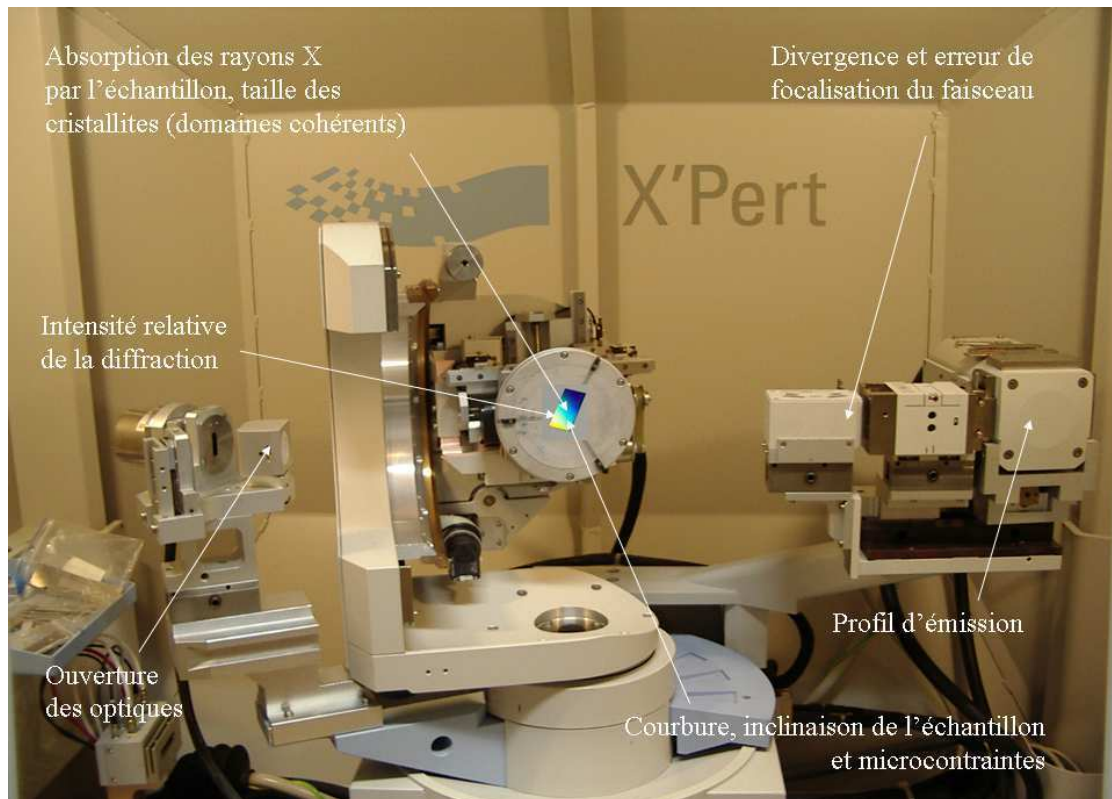
### 2.1. Correction des effets instrumentaux

Dans un premier temps, un fichier de valeurs permettant une correction approximative des effets instrumentaux a été considéré. Cette approche est en effet jugée insuffisante, car elle ne tient pas compte de tous les appareillages constituant le montage expérimental utilisé. C'est pour cela qu'il a été décidé de calculer ces effets, d'abord indépendamment les uns des autres afin de comprendre leurs actions sur les pôles, puis en les combinant pour obtenir une action globale<sup>[87]</sup>,<sup>[88]</sup>. Les calculs de convolution se faisant par l'intermédiaire d'un puissant logiciel de calcul formel, ils pourront ensuite être comparés aux profils issus de l'analyse d'images.

#### 2.1.1. Montage expérimental

Le montage utilisé pour la diffraction des rayons X est constitué de divers composants perturbateurs qui exercent une influence sur les mesures effectuées. Les différents effets

instrumentaux et leur localisation sur le montage goniométrique sont représentés par les flèches blanches sur la figure suivante (*Figure IV.21*).



*Figure IV.21 : localisation des effets instrumentaux sur montage expérimental pour des analyses au laboratoire de diffraction des rayons X de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.*

Ces effets se situent aussi bien au niveau de l'échantillon qu'au niveau des appareillages. L'ensemble des effets instrumentaux est présenté dans la partie suivante, chacun d'eux dépendent d'un ou de plusieurs paramètres.

### **2.1.2. L'ensemble des effets instrumentaux**

Les fonctions instrumentales à considérer sont : la largeur et la longueur de la fente de réception, l'erreur de planéité de l'échantillon, la fonction d'absorption, la ligne de focalisation de la cible des rayons X, l'inclinaison de l'échantillon et la fonction de défocalisation. Chacune de ces fonctions va d'abord être étudiée séparément, puis elles le seront globalement sous la forme de produit de convolution <sup>[81], [89], [90]</sup>.

#### **2.1.2.a. Le signal initial**

Il s'agit là du signal issu de la source de rayons X et c'est sur ce signal qu'agiront les différents effets instrumentaux.

On choisit la raie du cuivre  $\text{CuK}\alpha_{1a}$  ( $\lambda = 1.5405961 \text{ \AA}$ ) comme longueur d'onde de référence, notée désormais  $\lambda_{\text{référence}}$ , pour définir l'angle de Bragg de la diffraction  $2\theta$  et le terme  $\varepsilon$  est utilisé comme la variable angulaire indépendante (Équation IV.4) :

$$\varepsilon = 2\varphi - 2\theta$$

Équation IV.4

Raies d'émission	$\lambda$ (Å)	$\delta\lambda$ (Å .10 <sup>-3</sup> )	Intensité relative
Satellites	1.534753	3.69	1.60
$\text{K}\alpha_{1a}$	1.540596	0.44	57.07
$\text{K}\alpha_{1b}$	1.541058	0.60	7.64
$\text{K}\alpha_{2a}$	1.544410	0.52	25.38
$\text{K}\alpha_{2b}$	1.544721	0.62	8.31

Tableau IV.1 : intensités relatives, longueurs d'onde et largeur à mi-hauteur du spectre  $\text{CuK}\alpha$  <sup>[87]</sup>.

Le profil total réfléchi par chaque plan de diffraction est représenté comme la somme de cinq courbes, les 4 courbes du groupe  $\text{CuK}\alpha$  et celle du groupe satellite (Tableau IV.1), et à chacune de ces courbes correspond une fonction Lorentzienne  $L(\varepsilon)$  définie par la fonction (Équation IV.5) ci-dessous <sup>[87]</sup> :

$$L(\varepsilon) = \frac{2}{\pi H \times \left( 1 + \left( 2 \frac{(\varepsilon - \varepsilon_0)}{H} \right)^2 \right)}$$

Équation IV.5

Dans cette équation, H est la largeur à mi-hauteur et  $\varepsilon_0$  est donné par la formule suivante (Équation IV.6) où  $2\varphi_0$  est la différence entre l'angle au sommet de la ligne d'émission et  $2\theta$  l'angle de Bragg.

$$\varepsilon_0 = 2\varphi_0 - 2\theta$$

Équation IV.6

La forme du profil actuel pour de petites cristallites (inférieures à 1  $\mu\text{m}$ ) dépend de leur forme et de la distribution de la taille de celles-ci, mais par expérience une Lorentzienne donne une bonne description de l'élargissement de la taille des cristallites.

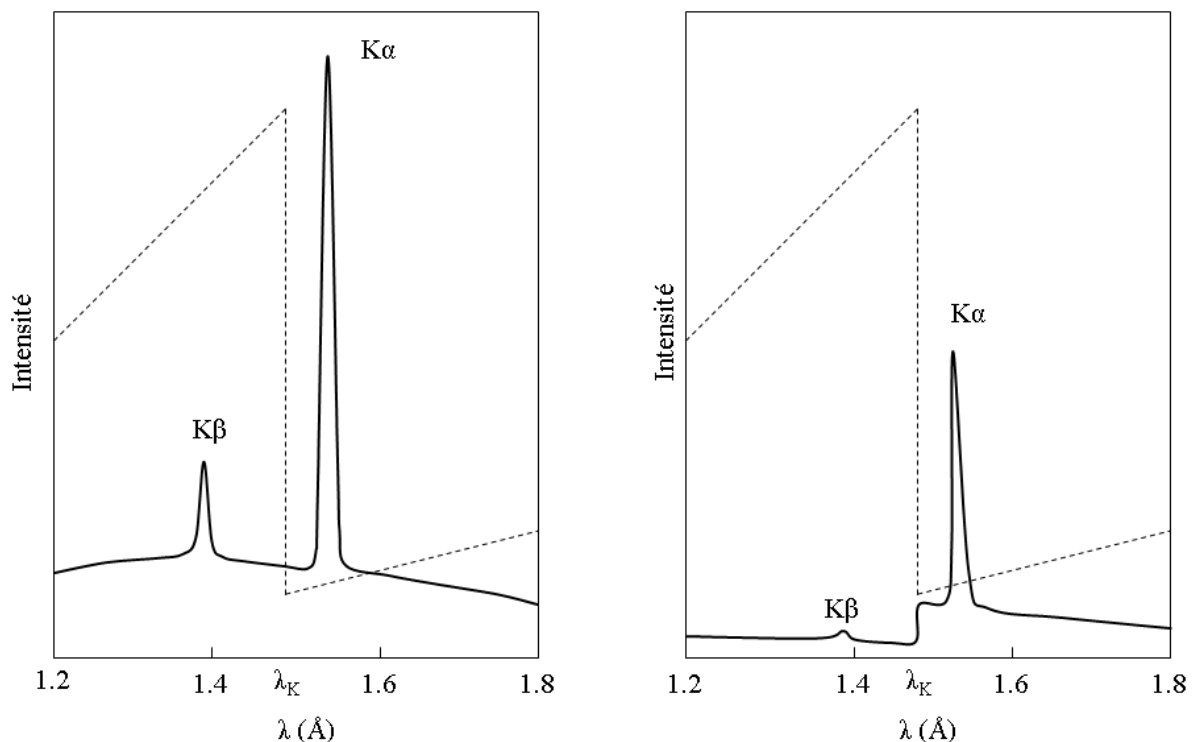
Le premier des termes entre parenthèses de l'équation ci-après (Équation IV.7) correspond au profil d'émission et le second à la taille des cristallites.  $\lambda$  est en Å,  $\delta\lambda$  est la largeur à mi-hauteur du profil d'émission en Å (appelée aussi FWHM pour Full Width at Half Maximum) et T est la taille apparente des cristallites en Å.

$$H = \frac{180}{\pi} \times \left( 2 \times \tan \theta \times \frac{\delta\lambda}{\lambda} + \frac{\lambda}{T \times \cos \theta} \right)$$

Équation IV.7

Le spectre d'émission du cuivre est généralement considéré avec ses deux raies  $K\alpha$  et  $K\beta$ . Nous pouvons remarquer à juste titre que ces raies sont d'autant plus proches que les phénomènes de diffraction dus à  $K\beta$  se superposent à ceux dus à  $K\alpha$  et peuvent provoquer des ambiguïtés sur les mesures (Tableau IV.1).

Or, seule la raie la plus intense  $K\alpha$  est intéressante, et la raie  $K\beta$  est supprimée par des filtres qui absorbent beaucoup la raie  $K\beta$  et relativement peu la raie  $K\alpha$  ; il suffit de choisir un élément dont la discontinuité d'absorption  $\lambda_K$  s'intercale entre ces deux raies (Graphique IV.2).



Graphique IV.2 : comparaison des profils d'émission pour la raie du cuivre avant (à gauche) et après (à droite) l'utilisation d'un filtre nickel. Les lignes en pointillés représentent le coefficient d'absorption massique du nickel.

Par exemple, pour isoler la raie  $K\alpha$  d'une anticathode de cuivre, il suffit de choisir un filtre nickel dont la discontinuité d'absorption s'intercale entre les deux raies (*Annexe IV, §1*).

Une connaissance de la forme exacte du spectre d'émission de la raie  $K\alpha$  du cuivre (noté  $CuK\alpha$ ) est très importante pour le développement d'une description de profils d'émission de grande précision. Le spectre  $CuK\alpha$  consiste en deux composants majeurs  $K\alpha_1$  et  $K\alpha_2$ , qui représentent approximativement 99% de l'intensité, et en un groupe satellite qui constitue le reste de l'intensité.

Dans la suite du chapitre, les différentes courbes vont être calculées pour une orientation cristallographique particulière et pour divers paramètres régissant les effets instrumentaux fixés (*Tableau IV.2*).

Paramètres	Valeurs
Orientation	{111}
Longueur d'onde de référence $\lambda$	1.5405961 Å
Paramètre de maille a	5.46342 Å
Distance inter-réticulaire $d_{111}$	3.154307 Å
Angle de Bragg $2\theta_{111}$	$\approx 28.27^\circ$
Rayon du diffractomètre R	300 mm
$\delta R =  R_2 - R_1 $ ( $R_1$ est la distance de la source à l'échantillon et $R_2$ la distance de l'échantillon à la fente de réception)	0.1 mm
Atténuation $\mu$	304.472 $\text{cm}^{-1}$
Largeur de fente $W_r$	0.2 mm
Longueur de fente $L_r$	0.2 mm
Divergence $\beta$ (dépendant de $L_r$ )	$\approx 0.79^\circ$
Divergence équatoriale $\alpha$	$0.01^\circ$
Taille des cristallites T	10000 Å
Longueur du tube $W_t$	0.04 mm
Inclinaison t	0.01 mm

Tableau IV.2 : récapitulatif des paramètres utilisés pour les calculs suivants.

Le calcul pour les différentes orientations se fait par l'intermédiaire des angles de Bragg  $2\theta$  liés à l'orientation choisie. La loi de Bragg étant (Équation IV.8) <sup>[90], [92]</sup> :

$$\lambda = 2d \times \sin \theta$$

Équation IV.8

Les distances interréticulaires  $d$  de l'équation précédente sont calculées à partir de la formule (Équation IV.9) <sup>[90], [92]</sup> :

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

Équation IV.9

Dans cette équation,  $a$  est le paramètre de maille.  $d$  et  $a$  sont exprimés en Å. Quelques valeurs approximatives de ces paramètres se trouvent dans les fiches JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) données en annexe (Annexe IV, §2). Elles sont récapitulées dans le tableau suivant (Tableau IV.3) :

Plans	$h^2+k^2+l^2$	$a$ (Å)	$d$ (Å) fiches JCPDS	$d$ (Å) formule
111	3	5.46342	3.1543	3.154307
220	8		1.9316	1.931611
311	11		1.6472	1.647283
400	16		1.3658	1.365855
422	24		1.1152	1.115216

Tableau IV.3 : comparaison des distances interréticulaires calculées et obtenues d'après les tables JCPDS <sup>[7]</sup>.

A partir du tableau précédent et de la loi de Bragg (Équation IV.8), il est possible de déduire les différentes valeurs de l'angle de Bragg  $2\theta$  en fonction de l'orientation cristallographique (Équation IV.10) et de  $\lambda_{\text{référence}}$  (Tableau IV.4) :

$$\theta = \arcsin \left( \frac{\lambda}{2d} \right)$$

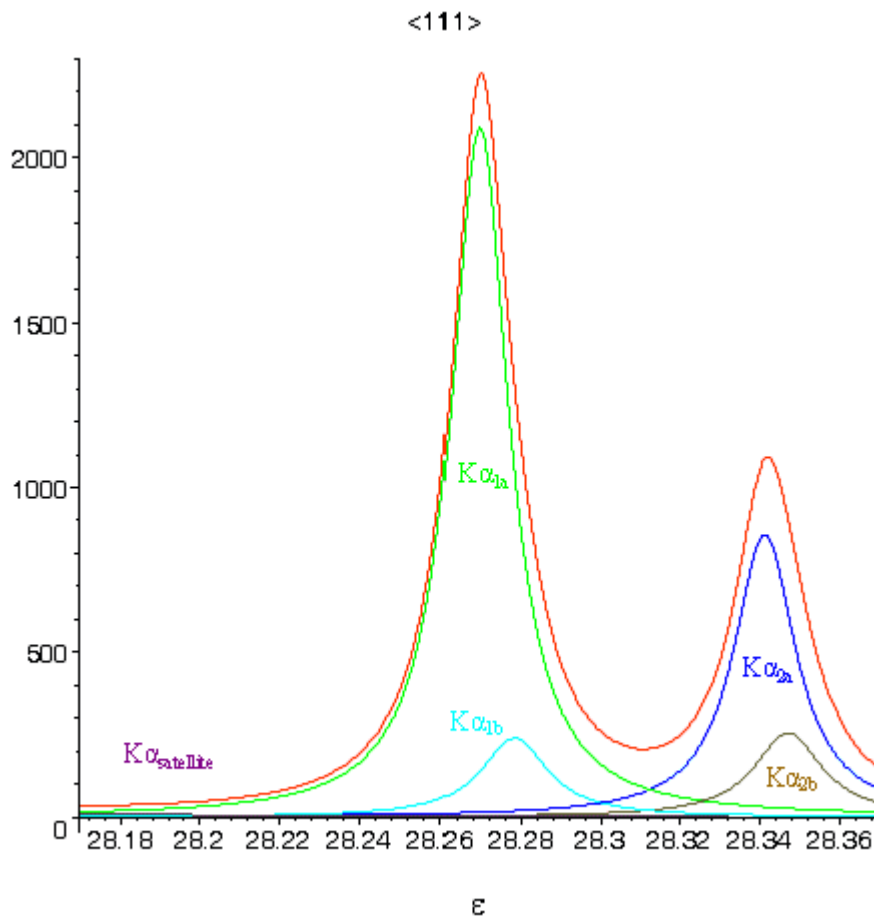
Équation IV.10



Orientation	d (en Å)	$\lambda_{\text{référence}}$ (en Å)	$2\theta_{\text{Bragg}}$ (en °)
111	3.154307	1.5405961	28.26973214
220	1.931611		47.00453450
311	1.647283		55.75947992
400	1.365855		68.66126908
422	1.115216		73.47904054

Tableau IV.4 : estimation des valeurs de l'angle de Bragg  $2\theta$  en fonction de l'orientation cristallographique et de la longueur d'onde de référence.

Sur la figure suivante (Graphique IV.3) les différents profils, pondérés par les intensités respectives et obtenus pour chaque raie d'émission sont représentés en plusieurs couleurs distinctes : le profil pour le groupe satellite est représenté en violet, le profil pour la raie  $K\alpha_{1a}$  en vert, en bleu turquoise le profil de la raie  $K\alpha_{1b}$ , en bleu le profil de la raie  $K\alpha_{2a}$  et finalement en marron celui de la raie  $K\alpha_{2b}$ .



Graphique IV.3 : profil initial (en rouge) calculé comme somme pondérée par les intensités des  $L_i$  pour une orientation particulière.

$$L(\varepsilon) = \sum_{\lambda} I r_{\lambda} \times L_{\lambda}(\varepsilon)$$

Équation IV.11

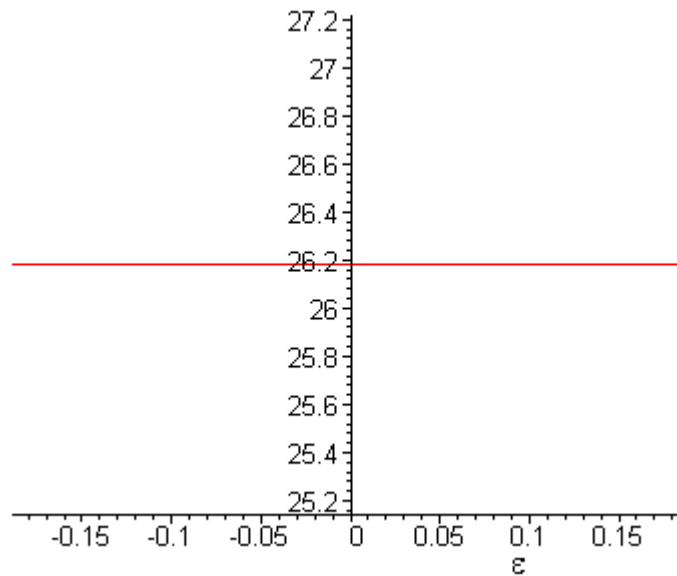
A ces courbes vient s'ajouter, en rouge, le profil total comme somme des 5 profils précédents (Équation IV.11).

### 2.1.2.b. La largeur de la fente de réception

Dans le cas d'une fente de réception, correctement alignée, de largeur  $W_r$  sur un diffractomètre de rayon  $R$ , la fonction  $D_1(\varepsilon)$  (Équation IV.12) est représentée par la fonction en créneau (Graphique IV.4) suivante <sup>[87]</sup> :

$$D_1(\varepsilon) = \frac{\pi}{180} \times \frac{R}{W_r} \text{ et } \varepsilon \text{ est compris entre } -\frac{180}{2\pi} \times \frac{W_r}{R} \text{ et } \frac{180}{2\pi} \times \frac{W_r}{R} .$$

Équation IV.12



Graphique IV.4 : profil de la fonction instrumentale caractéristique de la largeur de fente de réception.

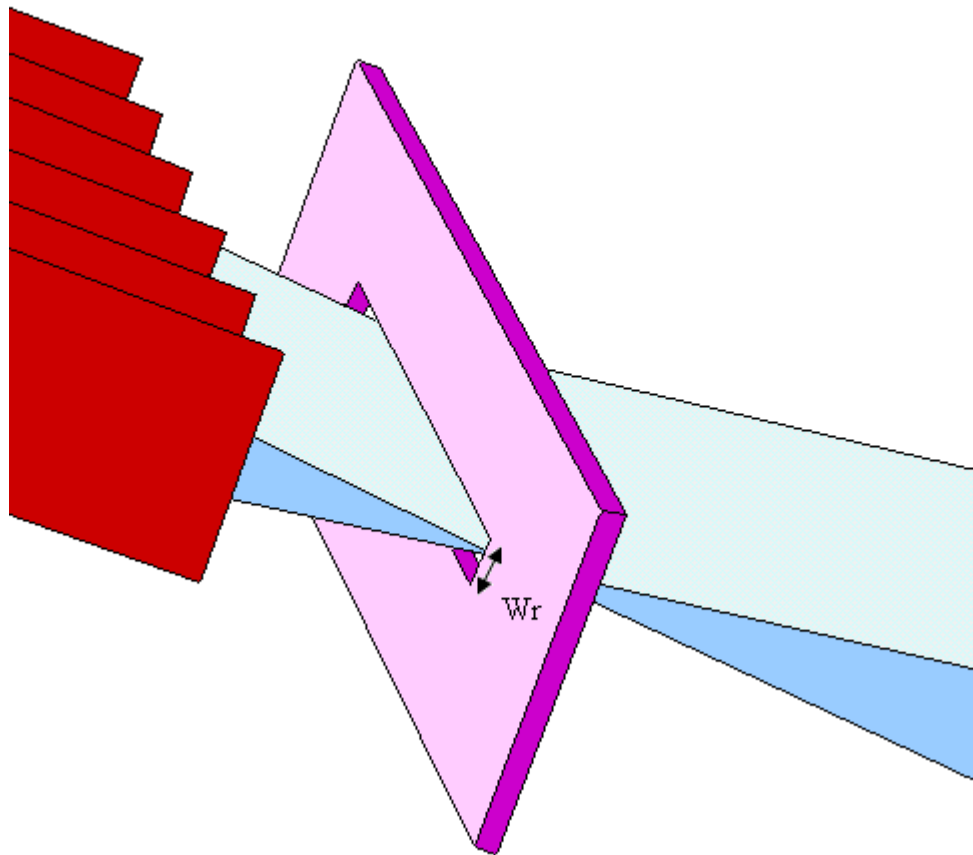


Figure IV.22 : schéma de l'influence de la largeur de fente de réception.

Cette fonction correspond à un profil rectangulaire centré sur l'axe du faisceau, la largeur de ce rectangle étant égale à l'angle entre la fente et le centre du goniomètre (Figure IV.22).

### 2.1.2.c. La longueur de la fente de réception

Si on utilise un diffractomètre avec un seul ensemble d'étroites fentes de Sollers situé soit du côté du rayon incident, soit du côté du rayon diffracté (le terme « étroit » signifie que la divergence axiale du faisceau est négligeable dans la zone du trajet des rayons X contenant les fentes), alors le faisceau incident de rayons X peut être considéré en première approximation comme parallèle quand il est vu perpendiculairement aux axes du diffractomètre. Dans ce cas et en absence d'erreurs de planéité de l'échantillon (c'est-à-dire un très faible angle de divergence  $\alpha$ ), l'échantillon sera éclairé par le faisceau le long d'une ligne de longueur égale à la longueur de la cible des rayons X. Dans ces conditions de diffraction, chaque point le long

de cette ligne créera un cône de rayons X avec un demi-angle  $2\theta$  et la forme du profil  $D_2(\varepsilon)$  sera l'enveloppe de ces cônes interceptés par la fente de réception (*Figure IV.23*)<sup>[87]</sup>.

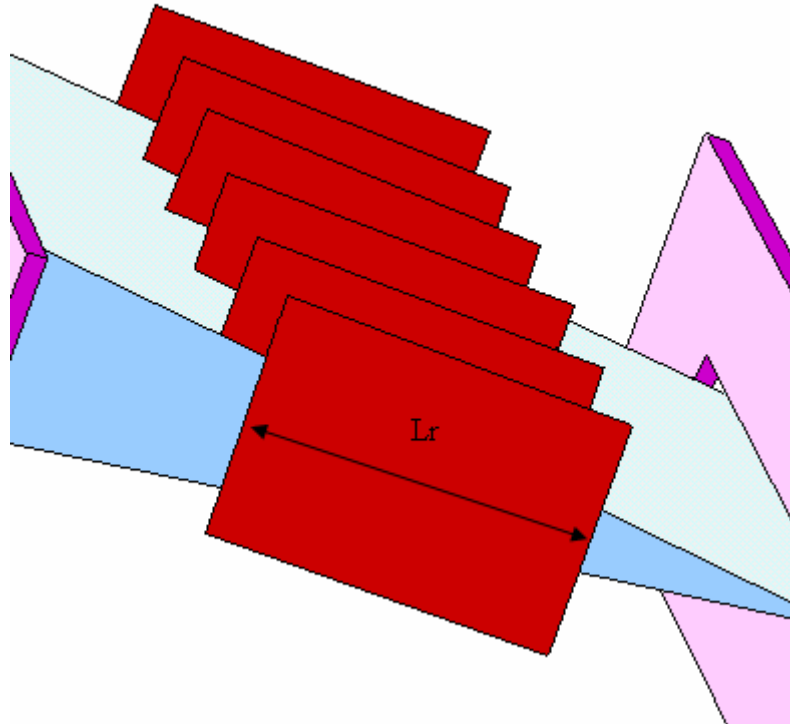
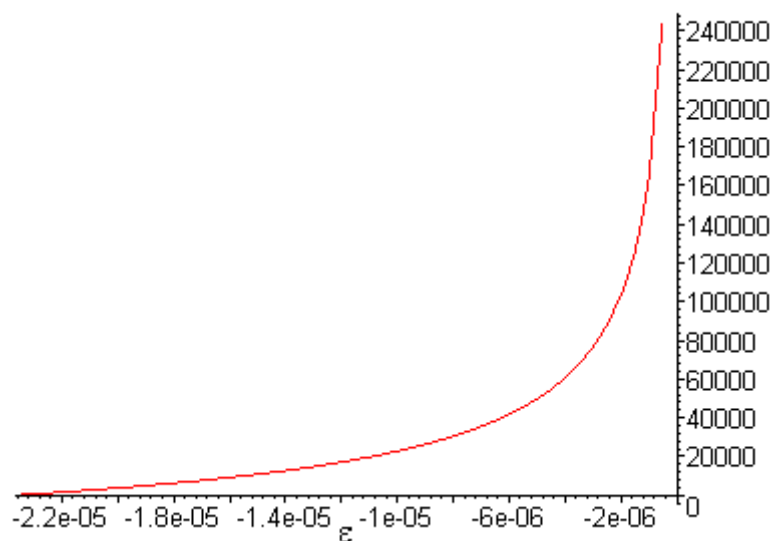


Figure IV.23 : schéma de l'influence de la longueur de fente de réception.

Dans la configuration actuelle, la fente de réception est considérée comme ayant la même longueur  $L$  que la cible des rayons X. La forme du profil (*Graphique IV.5*) pour ces aberrations est donnée par la formule suivante (*Équation IV.13*):

<111>



Graphique IV.5 : profil de la fonction instrumentale caractéristique de la longueur de fente de réception

$$D_2(\varepsilon) = \frac{1}{-\frac{90}{\pi} \times \left(\frac{Lr}{R}\right)^2 \times \cot 2\theta} \times \left( 1 - \left( \frac{-\frac{90}{\pi} \times \left(\frac{Lr}{R}\right)^2 \times \cot 2\theta}{\varepsilon} \right)^{\frac{1}{2}} \right)$$

et  $\varepsilon$  varie de 0 à  $-\frac{90}{\pi} \times \left(\frac{Lr}{R}\right)^2 \times \cot 2\theta$

Équation IV.13

Cette équation peut aussi être utilisée pour représenter des diffractomètres avec des fentes de Sollers dans les zones du faisceau incident et du faisceau diffracté, en interprétant L comme une longueur équivalente un peu plus petite que la longueur de la fente de réception actuelle. Cette longueur équivalente est une approximation de la longueur de la fente de réception illuminée par le faisceau de rayons X à travers un seul espacement dans la fente de Sollers. Une estimation de la longueur équivalente est donnée en comparant la variance du profil de la fonction pour un diffractomètre avec un seul ensemble de fente de Sollers à celui avec un instrument comportant deux ensembles de fentes. La variance W (en degrés<sup>2</sup>) de la divergence axiale  $D_2(\varepsilon)$  pour un seul ensemble de fentes de Sollers est (Équation IV.14) :

$$W = \frac{7}{720} \times \left(\frac{Lr}{R}\right)^4 \times \cot^2 2\theta \times \left(\frac{180}{\pi}\right)^2$$

Équation IV.14

Avec deux ensembles de fentes cette formule devient (Équation IV.15) :

$$W = \frac{1}{360} \times \beta^4 \times (10 + 17 \cot^2 2\theta) \times \left(\frac{\pi}{180}\right)^2$$

Équation IV.15

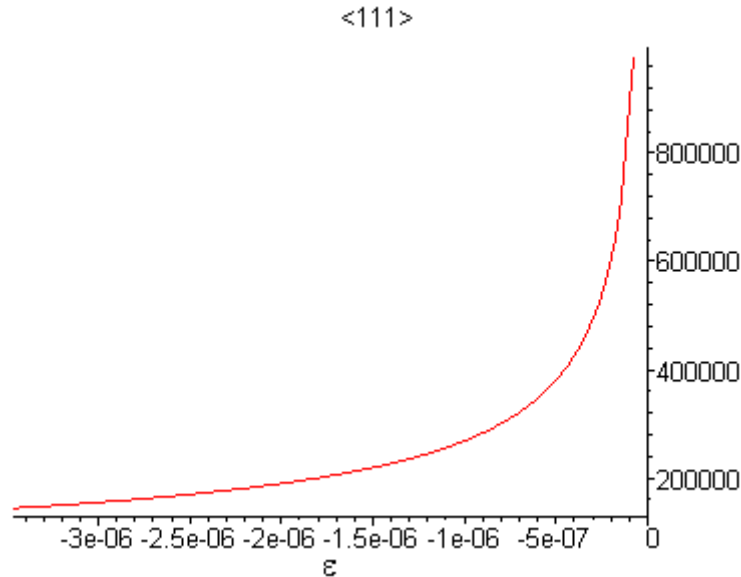
$$Lr = 0.485 \times \left(\frac{\pi \times \beta \times R}{180}\right)$$

Équation IV.16

$\beta$  est l'ouverture angulaire des fentes de Sollers en degrés. Il est possible d'obtenir la même variance que (Équation IV.15) en considérant un seul ensemble de fente de Sollers avec une longueur de fente équivalente donnée par la formule précédente (Équation IV.16).

### 2.1.2.d. Le défaut de parallélisme de l'échantillon

Pour un rayon incident centré sur les axes du diffractomètre, la représentation de la fonction  $D_3(\varepsilon)$  (Graphique IV.6) due au défaut d'alignement de l'échantillon avec le cercle de focalisation est (Équation IV.17) <sup>[87], [97]</sup> :



Graphique IV.6 : profil de la fonction instrumentale caractéristique du défaut de parallélisme.

$$D_3(\varepsilon) = \left( -\frac{4\pi \times \varepsilon}{360} \times \alpha^2 \times \cot \theta \right)^{\frac{1}{2}} \text{ et } \varepsilon \text{ varie de } 0 \text{ à } -\frac{\pi}{360} \times \alpha^2 \times \cot \theta .$$

Équation IV.17

Dans cette formule  $\alpha$  correspond à l'angle de divergence équatoriale du rayon incident en degrés. L'erreur de planéité de l'échantillon n'est significative qu'à des angles faibles et pour des configurations avec de larges fentes de divergence.

### 2.1.2.e. L'absorption des rayons X par l'échantillon

Les rayons X pénètrent dans l'échantillon, dont le coefficient d'absorption n'est pas infini, sans dépasser toutefois une certaine profondeur <sup>[87], [102]</sup>. Les faisceaux collectés par le détecteur correspondent donc pour chaque angle de Bragg à une somme de rayons diffractés à des profondeurs variables ; ce qui induit une déformation des profils. La fonction  $D_4(\varepsilon)$  est alors donnée par l'équation (Équation IV.18) :

$$D_4(\varepsilon) = \frac{1}{\left(\frac{900}{\pi \times \mu \times R} \times \sin 2\theta\right)} \times e^{\left(\frac{\varepsilon}{\frac{900}{\pi \times \mu \times R} \times \sin 2\theta}\right)} \text{ et } \varepsilon \leq 0$$

Équation IV.18

Le terme entre parenthèses est la mesure de la largeur et est maximum pour  $2\theta = 90^\circ$ . Cette fonction augmente lorsque le coefficient d'atténuation linéaire  $\mu$  diminue. Bien que cette fonction tende vers  $-\infty$  pour un échantillon infiniment épais, en pratique il n'est pas nécessaire de calculer au-delà de (Équation IV.19) :

$$\frac{\varepsilon}{\frac{900}{\pi \times \mu \times R} \times \sin 2\theta} = -9$$

Équation IV.19

L'absorption produit un élargissement asymétrique et le paramètre à affiner est le coefficient d'atténuation linéaire  $\mu$  exprimé en  $\text{cm}^{-1}$ . Ce paramètre est déduit à partir de la formule suivante (Équation IV.20) <sup>[93]</sup> dans laquelle  $\rho_X$  représente la densité de l'élément X et [X] sa masse atomique :

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{\text{CaF}_2} = \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{\text{Ca}} \times \frac{[\text{Ca}]}{[\text{CaF}_2]} + 2 \times \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{\text{F}} \times \frac{[\text{F}]}{[\text{CaF}_2]}$$

Équation IV.20

La plupart des termes de droite de cette équation sont connus à l'exception de la masse atomique de la fluorine. Néanmoins, la formule suivante (Équation IV.21) permet de la retrouver à partir des masses atomiques des éléments constituant le monocristal :

$$[\text{CaF}_2] = [\text{Ca}] + 2 \times [\text{F}]$$

Équation IV.21

Les valeurs connues pour les éléments fluor et calcium sont les suivantes <sup>[92], [93]</sup> :

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{\text{Ca}} = 171.4 \text{ cm}^2 \cdot \text{g}^{-1} \text{ et } \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{\text{F}} = 15.95 \text{ cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$$

$$\rho_{\text{CaF}_2} = 3.180 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$$

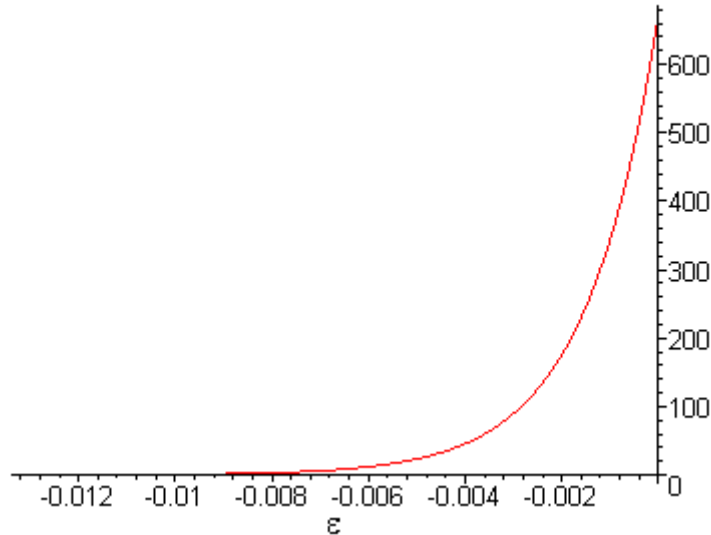
$$[\text{Ca}] = 40.078 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \text{ et } [\text{F}] = 18.9984 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

Par un calcul simple il se déduit quelques valeurs intéressantes, comme par exemple :

$$[CaF_2] = 78.0748 \text{ g.mol}^{-1} \text{ et } \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{CaF_2} = 95.746 \text{ cm}^2.\text{g}^{-1}$$

$$\mu_{CaF_2} = 304.472 \text{ cm}^{-1}$$

<111>



Graphique IV.7 : profil de la fonction instrumentale caractéristique de l'absorption des rayons X par l'échantillon

A partir de ces données, le calcul de la fonction  $D_4(\varepsilon)$  (Graphique IV.7) ne pose plus aucun problème puisque tous les paramètres sont désormais connus.

### 2.1.2.f. L'expression de l'intensité relative de la diffraction

Ce facteur affecte l'intensité de la diffraction <sup>[90]</sup>. La formule du facteur de polarisation de Lorentz est obtenue en combinant deux formules :

- Tout d'abord la formule du facteur de Lorentz <sup>[89], [93]</sup> : sa présence s'explique par le fait que l'intensité d'une réflexion des rayons X est proportionnelle au temps pendant lequel le cristal est en position de réflexion. Autrement dit, elle est inversement proportionnelle à la vitesse angulaire à laquelle les rayons passent par la position de réflexion. L'équation suivante (Équation IV.22) dépend de l'angle de Bragg, selon les conditions de l'expérience :



$$\frac{1}{4 \times \sin^2 \theta \times \cos \theta}$$

Équation IV.22

- Puis la formule du facteur de polarisation <sup>[89]</sup>, qui s'explique par le fait que les rayons X polarisés peuvent être décomposés en deux vecteurs électriques, un axial et un équatorial. Les rayons X polarisés à vecteur électrique axial sont plus intensément diffractés que ceux à vecteur électrique équatorial, ce qui a pour résultat un facteur trigonométrique dans toutes les expressions de l'intensité diffractée par un faisceau non polarisé. Pour un faisceau incident non polarisé, la fonction réponse est (Équation IV.23) :

$$\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2}$$

Équation IV.23

A partir de là, la fonction de polarisation de Lorentz est donnée par la formule (Équation IV.24) <sup>[93]</sup>, <sup>[95]</sup>, <sup>[92]</sup> :

$$D_5(\epsilon) = |F|^2 \times \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \times \cos \theta} \times n$$

Équation IV.24

Dans cette équation,  $2\theta$  représente l'angle de Bragg,  $|F|^2$  le module du facteur de structure et,  $n$  le facteur de multiplicité. Ce dernier varie de façon irrégulière suivant les indices des raies successives (Tableau IV.5) <sup>[92]</sup>. Ces trois paramètres sont dépendants de l'orientation des plans cristallographiques  $\{hkl\}$ .

Indices	h00	hhh	hh0	hhk	hk0	hkl
<b>n</b>	6	8	12	24	24	48

Tableau IV.5 : facteur de multiplicité des plans réticulaires pour un système cubique.

En outre, le coefficient  $\frac{1}{8}$  est remplacé par le produit du module du facteur de structure par le facteur de multiplicité lorsqu'on effectue le produit (Équation IV.25) des équations (Équation IV.22) et (Équation IV.23) :

$$\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2 \times 4 \times \sin^2 \theta \times \cos \theta}$$

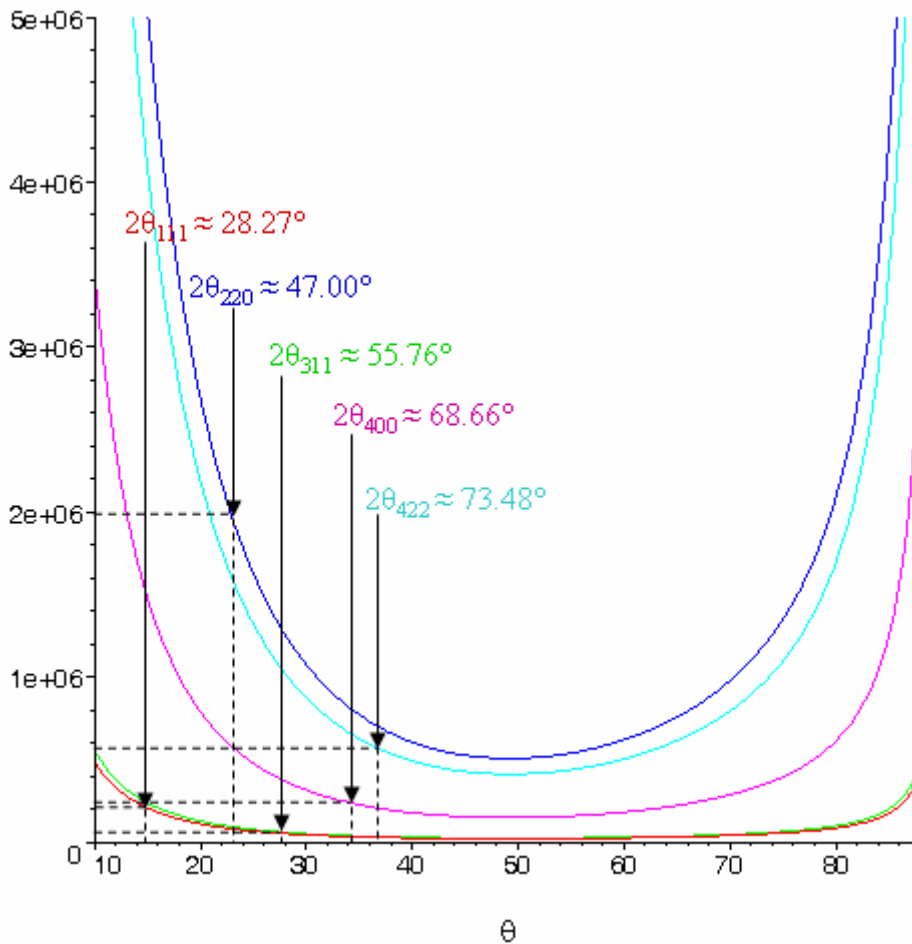
*Équation IV.25*

La méthode de calcul du facteur de structure se trouve décrite en annexe (*Annexe IV, §3*) et les résultats sont consignés dans le tableau suivant (*Tableau IV.6*).

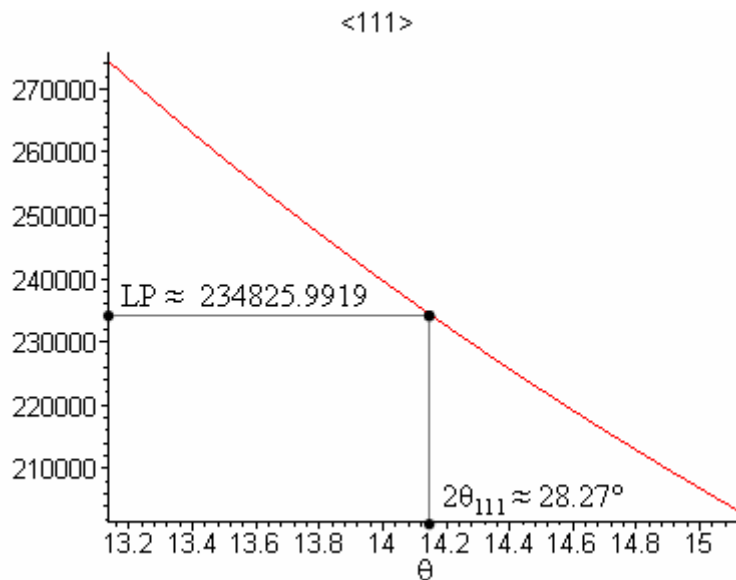
<b>Orientation</b>	<b><math> F ^2</math></b>	<b><math>2\theta</math></b>	<b>n</b>	<b>LP</b>
111	955.98	28.26973214	8	234825.9918
220	15493.44	47.00453450	12	1867715.386
311	365.21	55.75947992	24	59704.45855
400	9097.36	68.66126908	6	235336.0390
422	6291.66	73.47904054	24	569189.9508

*Tableau IV.6 : facteur de multiplicité, module du facteur de structure et facteur de polarisation de Lorentz calculés pour les différentes orientations.*

Une représentation du facteur de polarisation de Lorentz en fonction de l'angle de Bragg et donc aussi de l'orientation est donnée par la figure suivante. Pour  $\theta = 0^\circ$  ou  $\theta = 90^\circ$ , la courbe est infinie, d'où le domaine de variation restreint ( $\theta \in [10^\circ, 88^\circ]$ ) utilisé (*Graphique IV.8*) ainsi que pour l'affichage autour de l'angle  $\theta$  associé à une orientation particulière (*Graphique IV.9*).



Graphique IV.8 : profil de la fonction instrumentale caractéristique du facteur de polarisation de Lorentz<sup>[92]</sup> pour  $\theta$  compris entre  $10^\circ$  et  $88^\circ$ .



Graphique IV.9 : profil localisé autour de l'angle de Bragg  $2\theta_{111}$  de la fonction instrumentale caractéristique du facteur de polarisation de Lorentz pour une orientation particulière.

Il est à noter par ailleurs que cette expression de l'intensité de la diffraction est une constante en  $\varepsilon$  et donc un coefficient multiplicateur de l'absorption ; et bien que la courbe finale soit normalisée par la suite, il est important de mentionner cette fonction.

### 2.1.2.g. La cible des rayons X

Avec un diffractomètre correctement aligné et des tubes à rayons X avec un foyer fin, cette aberration (*Figure IV.24*) est faible et  $D_6(\varepsilon)$  (*Erreur ! Source du renvoi introuvable.*) est représentée par un signal en créneau (*Graphique IV.10*)<sup>[87]</sup> :

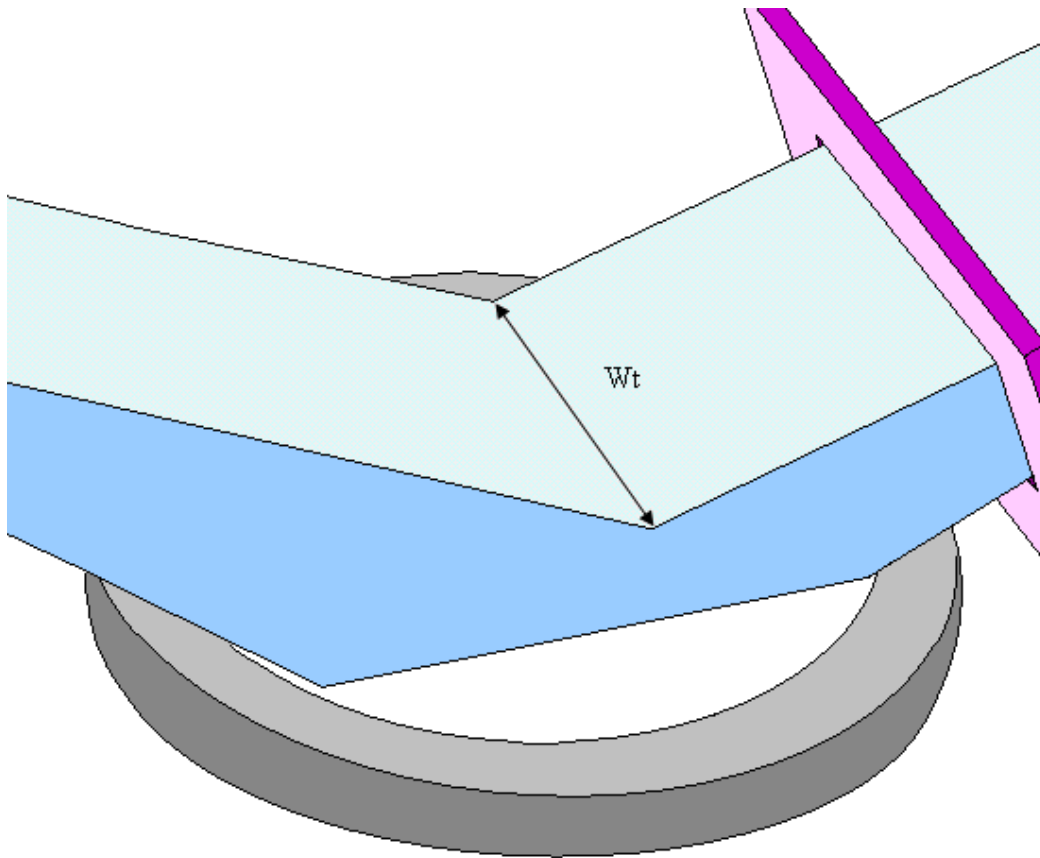
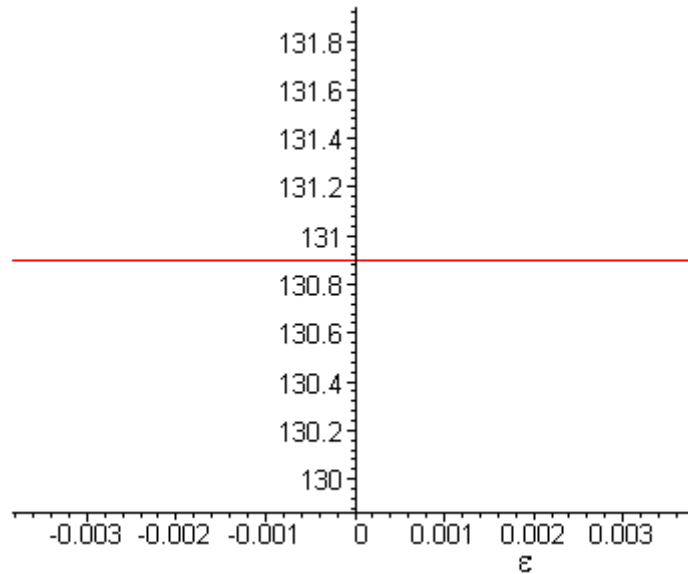


Figure IV.24 : schéma de l'influence de la cible des rayons X.

$$D_6(\varepsilon) = \frac{R}{180} \times \frac{\pi}{Wt} \text{ et } \varepsilon \text{ est compris entre } -\frac{180}{2\pi} \times \frac{Wt}{R} \text{ et } \frac{180}{2\pi} \times \frac{Wt}{R}.$$

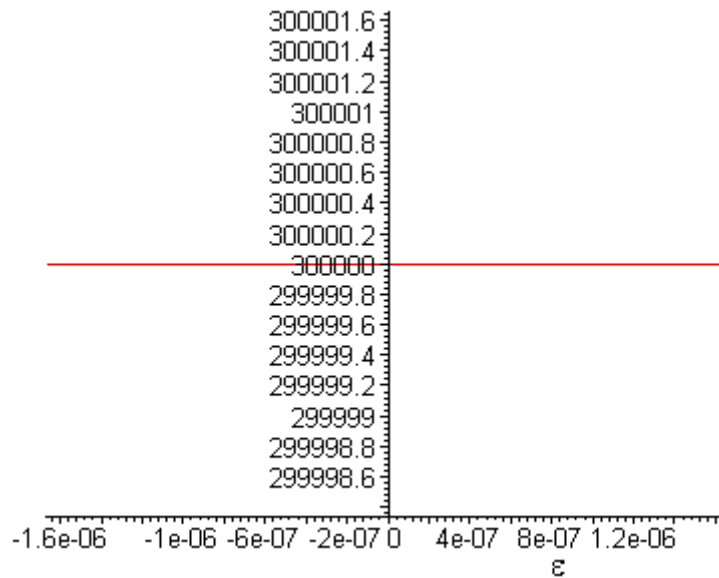
Équation IV.26



Graphique IV.10 : profil total de la fonction instrumentale caractéristique de la cible des rayons X.

### 2.1.2.h. L'inclinaison de l'échantillon

Si la surface de l'échantillon est inclinée par rapport aux axes du diffractomètre avec les extrémités éloignées de  $+t/2$  et  $-t/2$ , la largeur angulaire de la fonction en créneau  $D_7(\varepsilon)$  (Graphique IV.11) sera (Équation IV.27) <sup>[87]</sup> :



Graphique IV.11 : profil total de la fonction instrumentale caractéristique de l'inclinaison de l'échantillon.

$$D_7(\varepsilon) = \frac{R \times \pi}{360 \times t \times \cos \theta} \text{ et } \varepsilon \text{ variant de } -\frac{180 \times t \times \cos \theta}{\pi \times R} \text{ à } \frac{180 \times t \times \cos \theta}{\pi \times R}.$$

Équation IV.27

Cela peut avoir un effet important pour un diffractomètre mal aligné ou pour un porte-échantillon mal positionné. Le paramètre d'ajustement  $t$  est exprimé en mm.

### 2.1.2.i. La divergence du faisceau incident

Le phénomène de défocalisation <sup>[87], [103], [104]</sup> apparaît lorsque la fente de réception ne se trouve pas sur le cercle de focalisation.  $\delta R$  représente alors la différence des distances (Figure IV.25) entre la source et l'échantillon (notée  $R_1$ ) et entre l'échantillon et la fente de réception (notée  $R_2$ ).

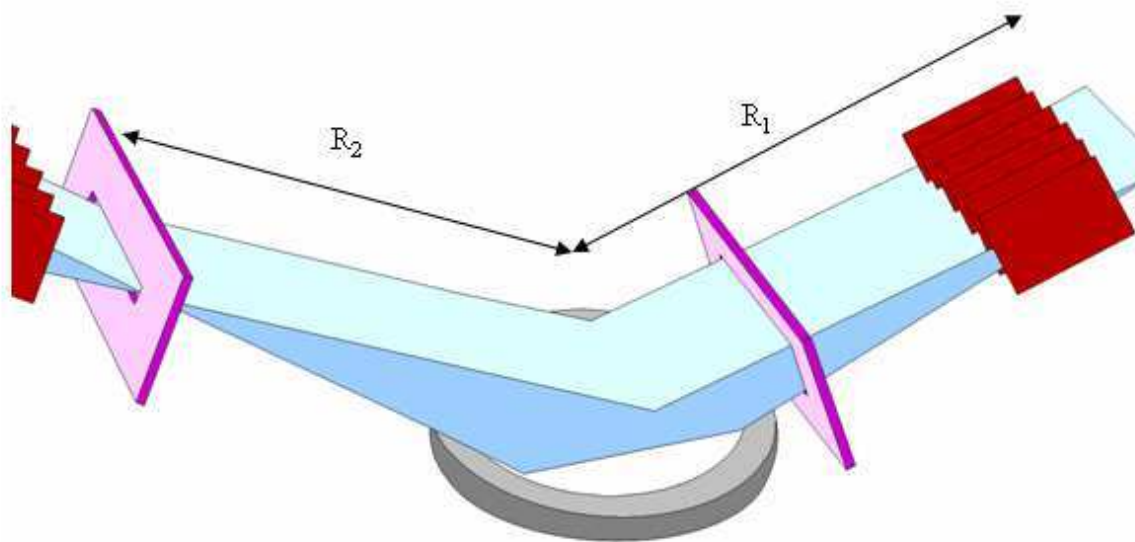
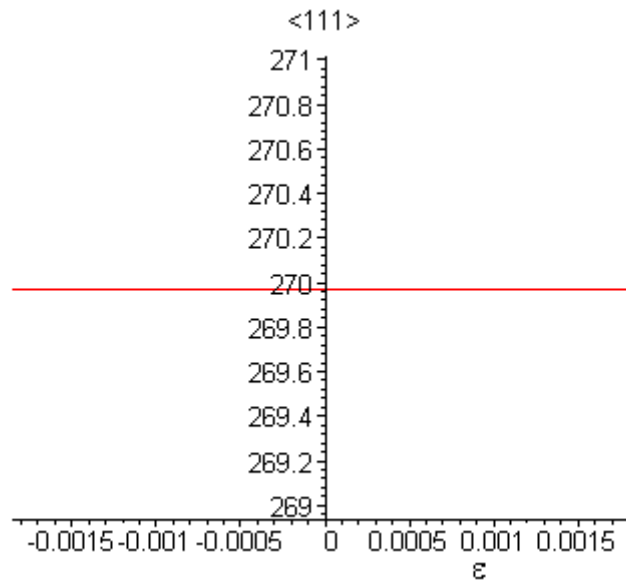


Figure IV.25 : schéma de l'influence de la divergence du faisceau incident.

La largeur de la fonction de défocalisation  $D_8(\varepsilon)$  est donnée par la formule ci-après (Équation IV.28) et représentée par le graphique suivant (Graphique IV.12) :

$$D_8(\varepsilon) = \frac{R}{\alpha \times \delta R} \text{ et } \varepsilon \text{ varie de } -\frac{\alpha \times \delta R}{2R} \text{ à } \frac{\alpha \times \delta R}{2R}.$$

Équation IV.28



Graphique IV.12 : profil total de la fonction instrumentale caractéristique de la divergence du faisceau

Dans l'équation précédente,  $\alpha$  est la divergence équatoriale du faisceau incident en degrés et  $\delta R = R_2 - R_1$  le paramètre à ajuster. En pratique  $\delta R$  est inférieure à 1 mm pour un diffractomètre correctement aligné.

### 2.1.3. Convolution des effets et retour au pic de diffraction de l'échantillon

Dans une configuration habituelle, tous ces effets se cumulent. Il est donc nécessaire de procéder à la convolution des courbes précédentes (Équation IV.29) <sup>[87], [88]</sup>.

$$A(\varepsilon) = L(\varepsilon) \otimes D_1(\varepsilon) \otimes D_2(\varepsilon) \otimes D_3(\varepsilon) \otimes D_4(\varepsilon) \otimes D_5(\varepsilon) \otimes D_6(\varepsilon) \otimes D_7(\varepsilon) \otimes D_8(\varepsilon)$$

Équation IV.29

De plus, puisque le produit de convolution est associatif et commutatif, l'égalité précédente devient (Équation IV.30) :

$$A(\varepsilon) = \left( \left( \left( \left( \left( \left( \left( \left( L(\varepsilon) \otimes D_1(\varepsilon) \right) \otimes D_2(\varepsilon) \right) \otimes D_3(\varepsilon) \right) \otimes D_4(\varepsilon) \right) \otimes D_5(\varepsilon) \right) \otimes D_6(\varepsilon) \right) \otimes D_7(\varepsilon) \right) \otimes D_8(\varepsilon) \right)$$

Équation IV.30

En notant cette expression sous forme de suite récurrente, la formule devient (Équation IV.31) :

$$\left\{ \begin{array}{l} A_0(\varepsilon) = L(\varepsilon) \\ A_i(\varepsilon) = A_{i-1}(\varepsilon) \otimes D_i(\varepsilon) = D_i(\varepsilon) \otimes A_{i-1}(\varepsilon) = \int_{a_i}^{b_i} D_i(\varepsilon') \times A_{i-1}(\varepsilon - \varepsilon') d\varepsilon' \end{array} \right.$$

Équation IV.31

Avec  $i$  variant de 1 à 8 et  $[a_i, b_i]$  est le domaine de variation des fonctions  $D_i(\varepsilon)$ .

La convolution de l'ensemble des effets instrumentaux, du signal source et du pic de diffraction de l'échantillon nous permet d'obtenir par convolution (*Figure IV.26*, flèches rouges) le profil de l'échantillon dans des conditions de mesure et dans un environnement particulier tels que ceux extraits des figures de pôles (*Graphique IV.1*). A chaque étape des convolutions, nous pourrions en outre avoir une estimation des effets cumulés sur le spectre initial <sup>[81], [89], [90]</sup>.



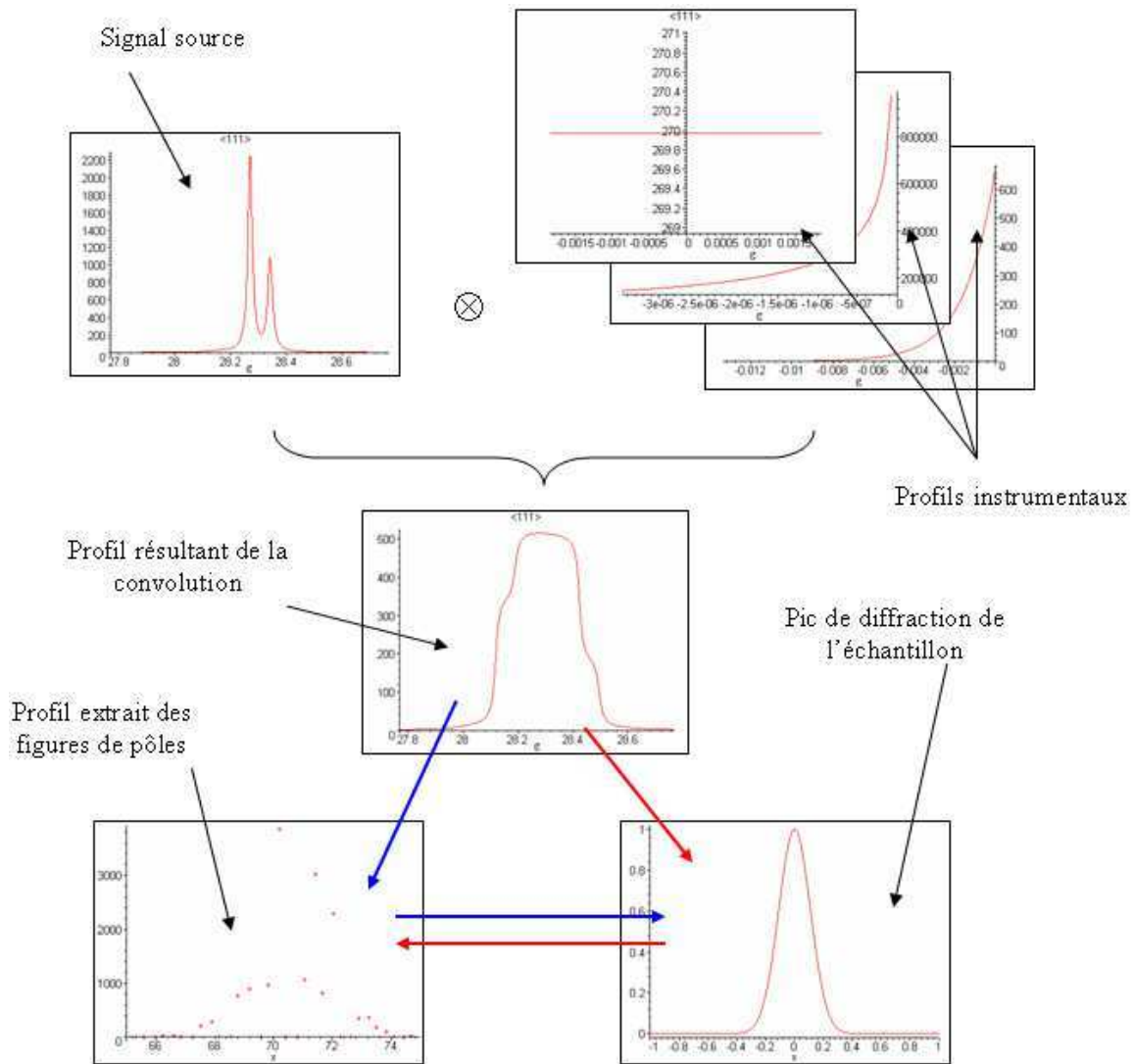


Figure IV.26 : principe de la convolution des effets instrumentaux et du signal source avec le pic de diffraction de l'échantillon.

Inversement, connaissant les différents profils instrumentaux (Figure IV.26, flèches bleues), le signal source et le profil résultant des figures de pôles, il est possible de remonter à l'information contenue dans l'échantillon <sup>[105]</sup> puisque ce principe peut être représenté sous la forme d'une équation (Équation IV.32) dans laquelle les fonctions A, E et P représentent respectivement la fonction de transfert des appareillages à rayons X, le pic de diffraction de l'échantillon et la courbe interpolant le profil extrait des figures de pôles.

$$A(x) = E(x) \otimes P(x)$$

Équation IV.32

L'ensemble des calculs pour les 5 orientations et pour différentes valeurs des paramètres se trouve en annexe (Annexe IV, §3).

## 2.2. Conclusion

La connaissance de l'ensemble des effets instrumentaux, ainsi que le calcul des profils qui en résultent, permettent une analyse et une interprétation des différentes courbes simulées. Il est désormais relativement aisé d'extraire à partir des mesures les paramètres importants liés à la microstructure du matériau <sup>[106]</sup>. Et puisque les deux méthodes, d'abord la méthode pratique puis la méthode théorique, permettent de retrouver les informations de texture et de structure du matériau, on peut désormais effectuer un travail de comparaison des deux courbes, simulées et calculées, afin d'en extraire les informations caractéristiques du matériau.

## 3. Conclusion du chapitre

Dés lors, à partir de ces données, nous pouvons recréer un modèle et interpréter les valeurs de ces paramètres liés à nos échantillons afin d'en obtenir une « représentation » microstructurale.

La technique explicitée a permis, en comparant les différentes méthodes, d'obtenir avec une très grande précision des valeurs numériques propres aux échantillons utilisés. Des travaux très récemment réalisés <sup>[107]</sup>, <sup>[108]</sup>, utilisent des techniques d'analyses et une approche comparables.

Ainsi, ces mesures et leur exploitation vont être faites dans le chapitre suivant sur l'ensemble des échantillons, et pour les différentes méthodes d'usinages testées, afin de relier les paramètres de la microstructure et de l'orientation aux méthodes de fabrication et donc à terme, de pouvoir intervenir sur celles-ci afin d'optimiser les paramètres d'usinage mais aussi ceux du matériau.



## **Chapitre V : Analyse microstructurale et comparaison des données expérimentales issues de la seconde campagne d'usinages**

La caractérisation d'un cristal et plus particulièrement son orientation et sa microstructure peuvent être obtenues par l'analyse des figures de pôles et des profils résultant de la convolution des divers effets instrumentaux et du signal source du montage expérimental du chapitre précédent <sup>[87]</sup>. Ces deux informations sont indispensables à la bonne connaissance et à une exploitation correcte des résultats.

Dans ce dernier chapitre, les lentilles mais également leurs caractérisations par diffraction des rayons X seront étudiées à chaque étape de leur réalisation. Ensuite, à partir des données issues des analyses précédentes au moyen des figures de pôles (*Annexe V, §1*), seront extraits les paramètres fondamentaux de désorientation et de microstructure du cristal <sup>[77]</sup>, <sup>[108]</sup>.

### **1. Mesure des désorientations cristallographiques**

Tout d'abord, il convient de déterminer avec une grande précision l'orientation de l'échantillon considéré. En fait, plus que l'orientation, c'est la désorientation macroscopique du cristal par rapport à un cristal parfait qui nous intéresse (*Figure V.1*). Cette mesure est calculée pour les angles  $\varphi$  et  $\psi$ .

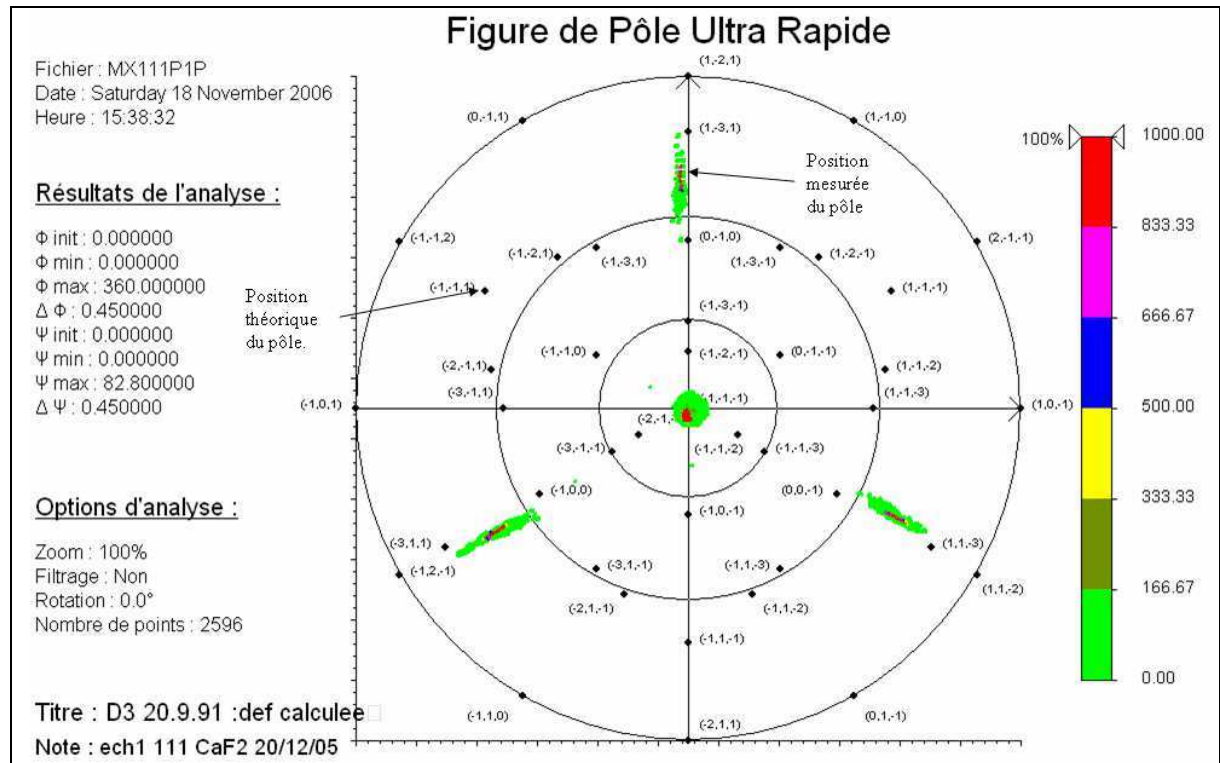


Figure V.1 : positions calculées et positions théoriques d'un des pôles pour une orientation {111}.

Dans ce but, sur une figure de pôle nettoyée de tous les bruits, il est nécessaire de mesurer la différence entre la position de certains pics mesurés et leur position théorique obtenue par un logiciel entièrement conçu et développé au cours de cette thèse.

On utilise pour la mesure de l'expression de la désorientation les deux relations suivantes (Équation V.1 et Équation V.2) :

$$\Delta \varphi = \varphi_{\text{théorique}} - \varphi_{\text{mesuré}}$$

Équation V.1

$$\Delta \psi = \psi_{\text{théorique}} - \psi_{\text{mesuré}}$$

Équation V.2

La mesure de désorientation en  $\varphi$  consiste à superposer, par une rotation d'angle  $\Delta \varphi$ , le pôle mesuré avec le pôle théorique (Figure V.2).

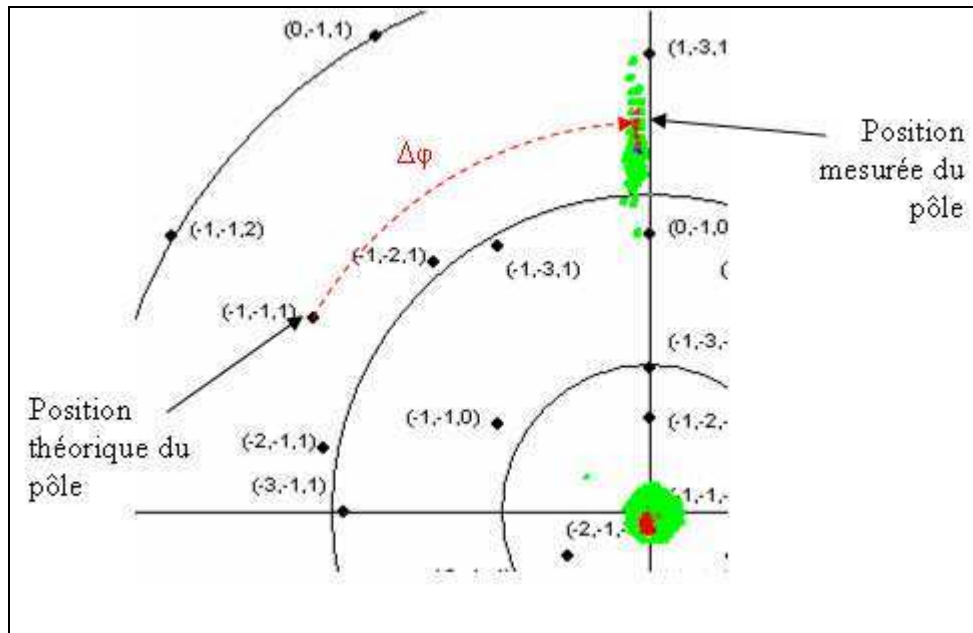


Figure V.2 : mesure de la désorientation en  $\varphi$  sur une figure de pôle.

Une fois les deux pôles superposés (Figure V.3), la mesure de désorientation en  $\psi$  consiste à évaluer la différence  $\Delta\psi$  entre la position théorique et la position réelle du pôle considéré. Quant aux erreurs de mesures sur les valeurs de  $\Delta\varphi$  et de  $\Delta\psi$ , elles sont très faibles et toujours inférieures à  $1^\circ$ . Celles-ci sont principalement dues aux erreurs de positionnement des angles  $\varphi$  et  $\psi$  sur une surface discrétisée en pixels régulièrement espacés lors de l’affichage.

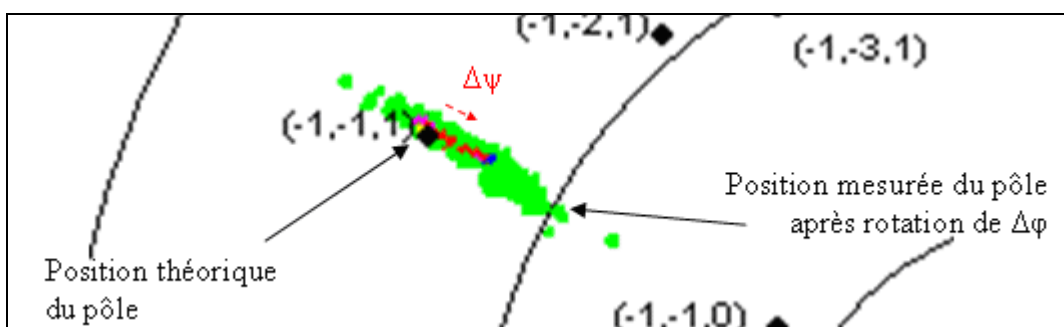


Figure V.3 : mesure de la désorientation en  $\psi$  après superposition du pôle mesuré et du pôle théorique.

Les résultats des analyses de la désorientation macroscopique sont consignés en annexe (Annexe V, §2). Les valeurs mesurées pour une lentille au fil des usinages sont relativement différentes les unes des autres. Cela traduit le fait que les lentilles n’ont pas toujours été mesurées dans la même position : les repères utilisés lors des différentes phases de fabrication des lentilles n’ont pas été conservés d’un usinage à l’autre. Cependant, à partir

des mesures effectuées, il est possible de simuler la rotation de la lentille afin de rester continuellement dans la même position.

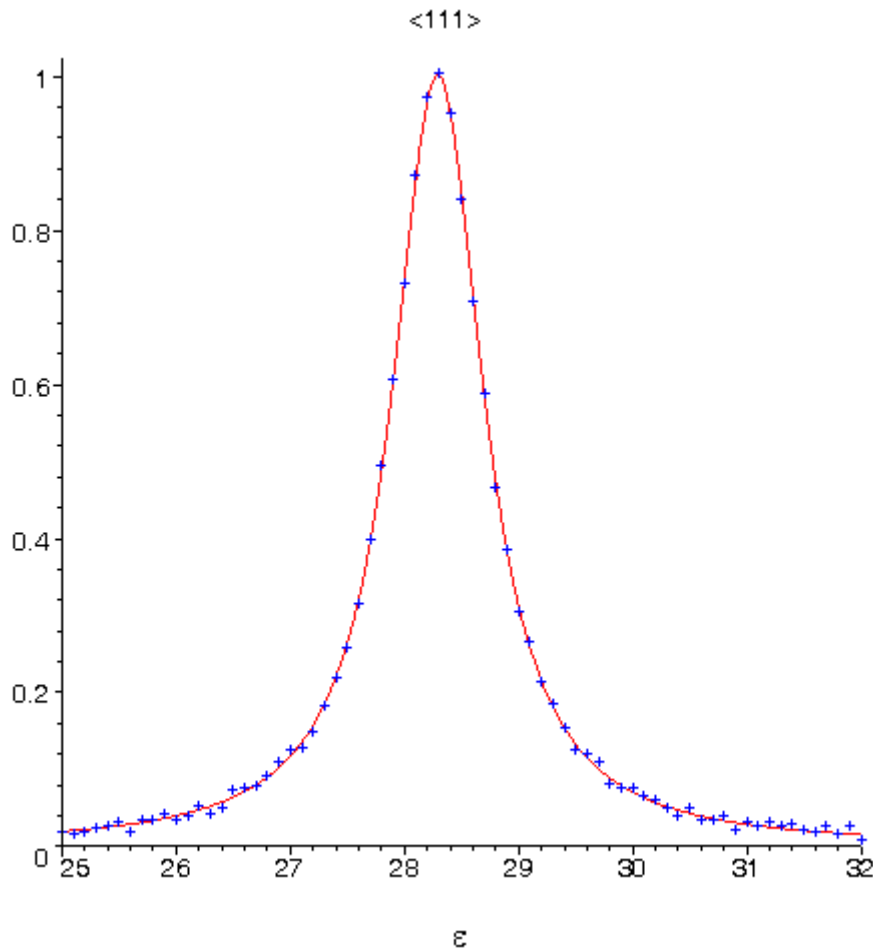
## 2. Mesure du degré de finition

Le degré de finition, noté également T dans la suite de ce chapitre, est introduit dans le but de caractériser la taille des cristallites qui constituent le cristal de fluorine. Dans le cas d'un monocristal parfait, la valeur de T est maximale. Le degré de finition est à mettre en relation avec la taille des domaines cohérents. La différence réside principalement dans le fait que certains effets au niveau du montage expérimental n'ont pas été quantifiés par la méthode développée au chapitre précédent (*Chapitre IV, §2*). C'est le cas, par exemple, de l'influence de la courbure de l'échantillon sur la taille et la forme de la zone du faisceau de rayons X éclairant la surface de mesure.

L'estimation du degré de finition (notée T au cours de ce chapitre) se fait par l'interprétation des données expérimentales traitées au cours du chapitre précédent. A partir d'une figure de pôle interprétée, il est possible d'obtenir un pôle représentatif de cette famille de plans cristallographiques (*Chapitre IV, §1.3.3*). Ces données sont ensuite comparées à un modèle théorique des pôles considérés. Il ressort alors de cette analyse une estimation du paramètre T comme indicateur de l'évolution de la qualité du cristal et donc de la lentille.

Concrètement, il est possible de trouver une courbe théorique, dépendante de T et de divers paramètres instrumentaux fixes (*Chapitre IV, §2.1.3*), approchant au plus près des données expérimentales. Deux méthodes vont être employées à cet effet :

- La première est appelée méthode des moindres carrés (*Chapitre V, §2.2*) et est basée sur la position des points des profils des pôles.
- La seconde est basée sur la comparaison des aires entre la courbe théorique et les données expérimentales (*Chapitre V, §2.3*).



Graphique V.1 : profil théorique d'un pôle représentatif (en rouge) et les données discrètes issues du traitement des figures de pôles (en bleu).

Ainsi, le degré de finition est déterminé à partir de la courbe précédente (Graphique V.1) et des données expérimentales discrètes. Il est, de plus, inversement proportionnel à la largeur à mi-hauteur des profils des pôles : plus la courbe est étroite, plus T sera élevé et donc meilleure sera la lentille.

Bien évidemment, ces méthodes sont d'autant plus efficaces que le nombre de points représentatifs des données expérimentales est grand. Par la suite, une estimation de la fiabilité des mesures sera effectuée (Chapitre V, §3) en comparant l'ensemble des données expérimentales, pour les deux méthodes précédentes et sur tous les échantillons mesurés.



<b>Orientation</b>	<b>Incertitude sur T (Å)</b>
111	91.78203381
220	97.64418603
311	101.6197496
400	109.3340016
422	126.0058946

Tableau V.1 : incertitude de mesure du degré de finition en fonction des orientations cristallographiques.

L'erreur de calcul sur le paramètre T est liée aux incertitudes de mesure des angles  $\varphi$  et  $\psi$ . Globalement, et pour les deux méthodes suivantes, l'incertitude est toujours inférieure à 130 Å, quelle que soit l'orientation choisie comme référence (Tableau V.1).

Les valeurs obtenues des deux méthodes de calcul du degré de finition citées précédemment sont conservées telles quelles dans ce chapitre, c'est-à-dire sans être arrondies. Cependant pour une plus grande vraisemblance, les résultats de ces analyses devraient se limiter à l'unité puisque ceux-ci sont de l'ordre de l'angström et considérer huit chiffres significatifs après la virgule reviendrait à avoir des structures cristallines caractérisées jusqu'à la dimension de l'électron !

## 2.1. Représentation du degré de finition en fonction des paramètres expérimentaux

Afin de représenter l'évolution de T, non seulement en fonction des diverses orientations cristallographiques, mais aussi des différentes étapes d'usinages, il est nécessaire de faire intervenir une fonction particulière, appelée  $3\Gamma$  et dépendante des plans (h,k,l), qui permet de passer d'une représentation multidimensionnelle complexe à une représentation en deux dimensions de cette évolution. Cette fonction est donnée par la formule suivante (Équation V.3) <sup>[109]</sup>, <sup>[110]</sup> :

$$3\Gamma_{k,k,l} = 3 \times \frac{(h^2 \times k^2 + k^2 \times l^2 + l^2 \times h^2)}{(h^2 + k^2 + l^2)^2}$$

Équation V.3

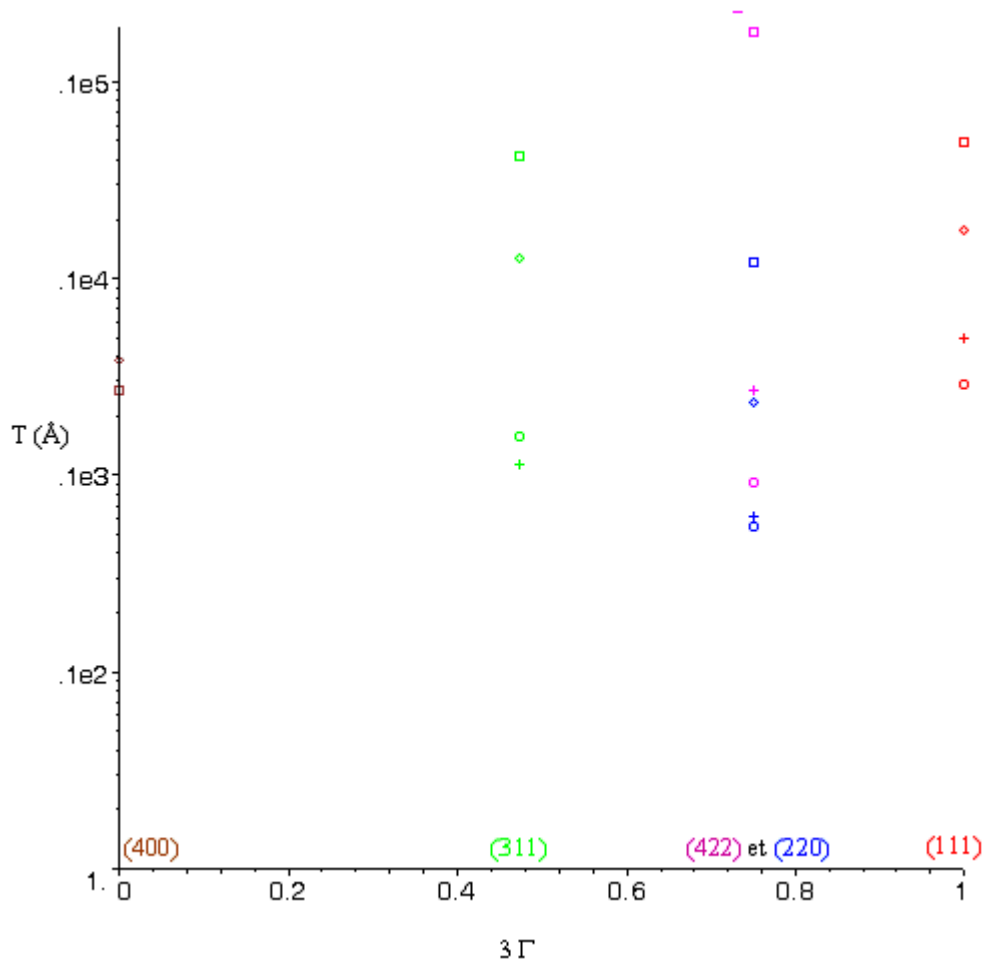
A partir des données expérimentales, il est désormais possible de représenter sur le même graphique les différentes valeurs de T, à chaque étape d'usinage et en fonction de toutes les orientations cristallographiques considérées (*Tableau V.2*).

<b>Orientations</b>					
	<b>111</b>	<b>220</b>	<b>311</b>	<b>400</b>	<b>422</b>
<b>3<math>\Gamma</math></b>	1	3/4	57/121	0	3/4

*Tableau V.2 : calcul de la fonction 3 $\Gamma$  pour les différentes orientations cristallographiques utilisées.*

Les représentations se feront en différentes couleurs pour les orientations et avec différents symboles pour les méthodes de fabrication afin de les distinguer correctement les unes des autres (*Tableau V.3*).

Néanmoins, certains symboles seront utilisés plusieurs fois, pour chacune des trois méthodes de fabrication des lentilles en fluorine. Cela ne pose en effet aucun problème puisque dans les cycles de fabrication testés, les lentilles ne peuvent être à la fois polies sur une machine à commande numérique, usinées par tournage à l'outil diamant et meulées.



Graphique V.2 : exemple de représentation logarithmique de l'évolution du degré de finition en fonction des divers usinages et des diverses orientations cristallographiques sur la lentille  $L_6$ .

C'est à partir de ces symboles et de ces couleurs qu'il sera possible de commenter l'évolution du paramètre  $T$  en fonction des usinages, mais également en fonction des orientations cristallographiques des lentilles (*Graphique V.2*) et donc de la matière. Les estimations de la valeur du paramètre  $T$  par les deux méthodes employées par la suite, sont consignées en annexe (*Annexe V, §3*).

## 2.2. Méthode des moindres carrés sur la position des points

La méthode des moindres carrés permet de comparer des données expérimentales, généralement entachées d'erreurs de mesure, à un modèle mathématique censé décrire ces données.

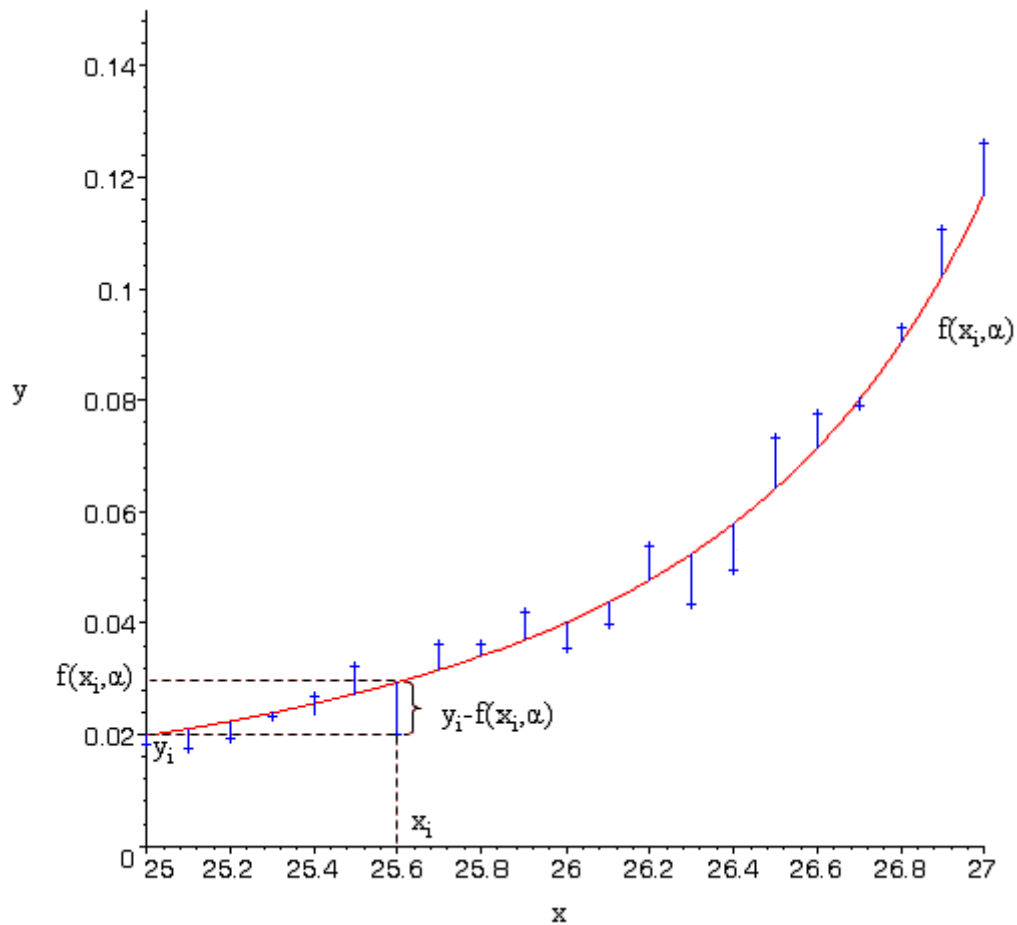
Cette méthode, développée par Gauss et Legendre, permet de minimiser l'impact des erreurs expérimentales (*Graphique V.3*). La méthode consiste à déterminer la fonction  $f(x,\alpha)$

qui décrit le mieux les données, c'est-à-dire celle qui minimise la somme quadratique des déviations des mesures réelles (Équation V.4).

$$K = \sum_{i=1}^N (y_i - f(x_i, \alpha))^2$$

Équation V.4

Ainsi, pour N mesures  $(x_i, y_i)$  avec i variant de 1 à N, les paramètres  $\alpha$  optimaux au sens de la méthode des moindres carrés, sont ceux minimisant la quantité précédente.



Graphique V.3 : principe de la méthode des moindres carrés sur les données expérimentales (en bleu) par rapport au modèle théorique (en rouge).

Dans le cas particulier des données expérimentales recueillies lors des analyses par diffraction des rayons X, il est possible d'obtenir une estimation du paramètre T, représentatif du degré de finition, par la méthode des moindres carrés. L'équation précédente (Équation V.4) devient alors (Équation V.5) :

$$K(T) = \sum_{i=1}^N (I_i - A(\varepsilon_i, T))^2$$

Équation V.5

Dans cette équation, la fonction A représente la fonction de transfert des différents appareillages de diffraction des rayons X (Équation IV.) et  $(\varepsilon_i, I_i)$  sont les données expérimentales issues des mesures. Quant à T, il représente le paramètre à minimiser.

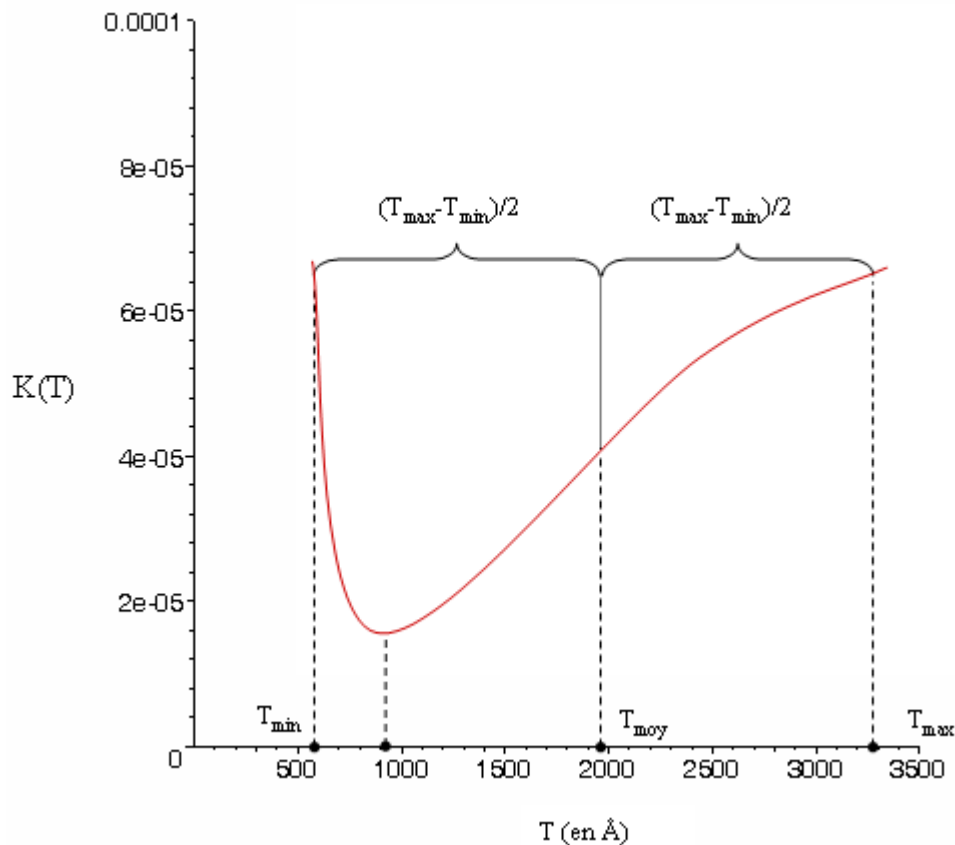
### 2.2.1. Résolution par dichotomie

Une représentation de la fonction K(T) (Graphique V.4) montre, grâce au théorème de Rolle (Théorème V.1), que cette fonction admet un minimum.

*Pour tous réels a et b tels que  $a < b$  et f une fonction à valeurs réelles continue sur  $[a, b]$  et dérivable sur  $]a, b[$  telle que  $f(a) = f(b)$ , alors il existe au moins un élément c tel que  $f'(c) = 0$ .*

*Théorème V.1 : théorème de Rolle*

En effet, dire qu'il existe au moins un élément où la dérivée est nulle, c'est dire qu'il existe un point où la fonction est « plate ».



Graphique V.4 : calcul du minimum de la fonction obtenue par la méthode des moindres carrés.

Les hypothèses nous garantissent par le théorème des bornes (*Théorème V.2*) que la fonction a un maximum et un minimum (*Graphique V.4*).

*Soient  $a$  et  $b$  deux réels tels que  $a < b$  et soit  $f$  une fonction continue de  $[a,b]$  dans  $\mathcal{R}$ . Alors, l'image de  $f$  contient à la fois sa borne supérieure et sa borne inférieure.*

*Théorème V.2 : théorème des bornes*

Ce dernier théorème signifie simplement que toute fonction continue atteint son maximum et son minimum si elle est définie sur un intervalle qui contient sa borne supérieure et inférieure.

A partir de là, il est possible de déterminer le minimum de la fonction  $K(T)$ . La résolution de ce problème s'effectue par la méthode de la dichotomie. C'est un algorithme de recherche de zéro d'une fonction qui consiste à répéter des partages d'un intervalle en deux parties, puis à sélectionner le sous-intervalle dans lequel existe un zéro de la fonction.

Néanmoins, cette méthode n'est pas appliquée au zéro de la fonction  $K(T)$ , mais au calcul de son minimum. Cette fonction est continue et dérivable sur l'intervalle  $[T_{\min}, T_{\max}]$ . De surcroît, par une étude de la dérivée de la fonction  $K(T)$ , il est possible de montrer que cette dernière est strictement décroissante entre  $T_{\min}$  et le minimum de cette fonction puis strictement croissante au-delà. Les deux points  $T_{\min}$  et  $T_{\max}$  encadrent ce minimum de plus la pente en ces points est de signe opposé. La méthode par dichotomie divise alors l'intervalle précédent en deux en calculant  $T_{\text{moy}}$  grâce à l'équation (*Équation V.6*) :

$$T_{\text{moy}} = \frac{T_{\min} + T_{\max}}{2}$$

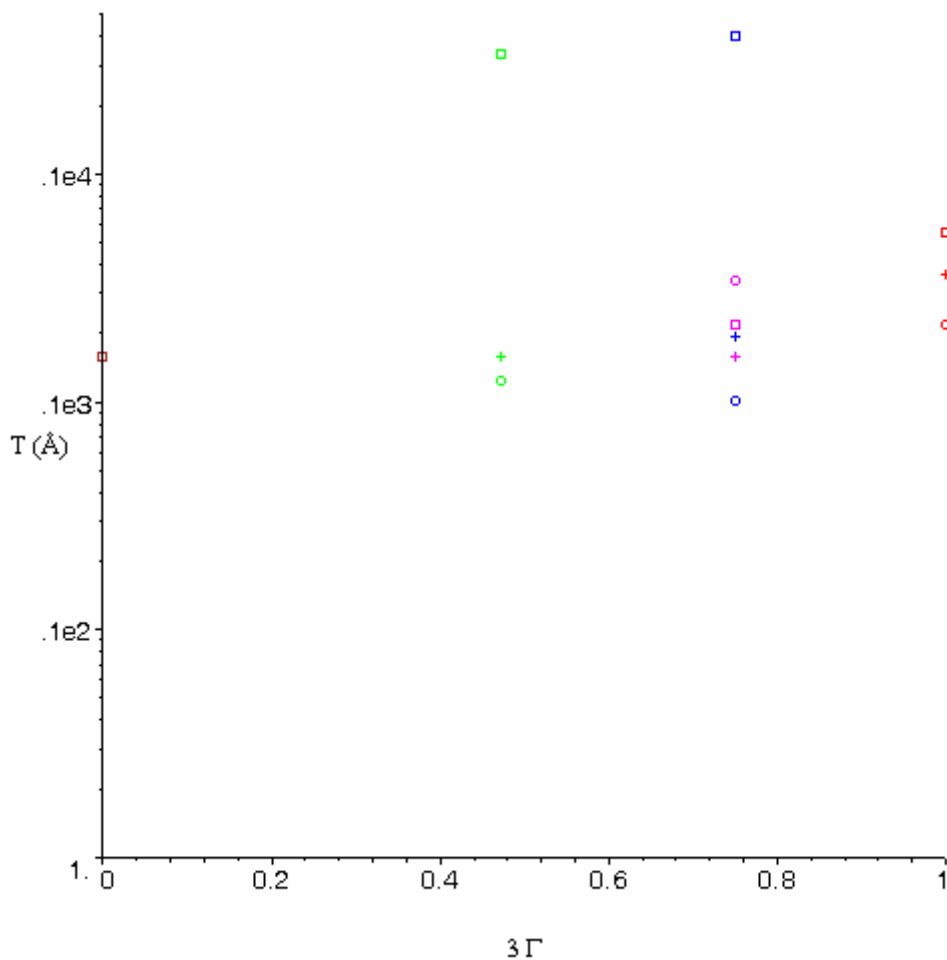
*Équation V.6*

Il existe alors deux possibilités : soit les pentes en  $T_{\min}$  et  $T_{\text{moy}}$  sont de signes opposés et les pentes en  $T_{\text{moy}}$  et  $T_{\max}$  sont de même signe, soit les pentes en  $T_{\text{moy}}$  et  $T_{\max}$  sont de signes opposés et les pentes en  $T_{\min}$  et  $T_{\text{moy}}$  sont de même signe. L'algorithme de dichotomie est alors appliqué au sous-intervalle dans lequel le changement de signe se produit (*Graphique V.4*).

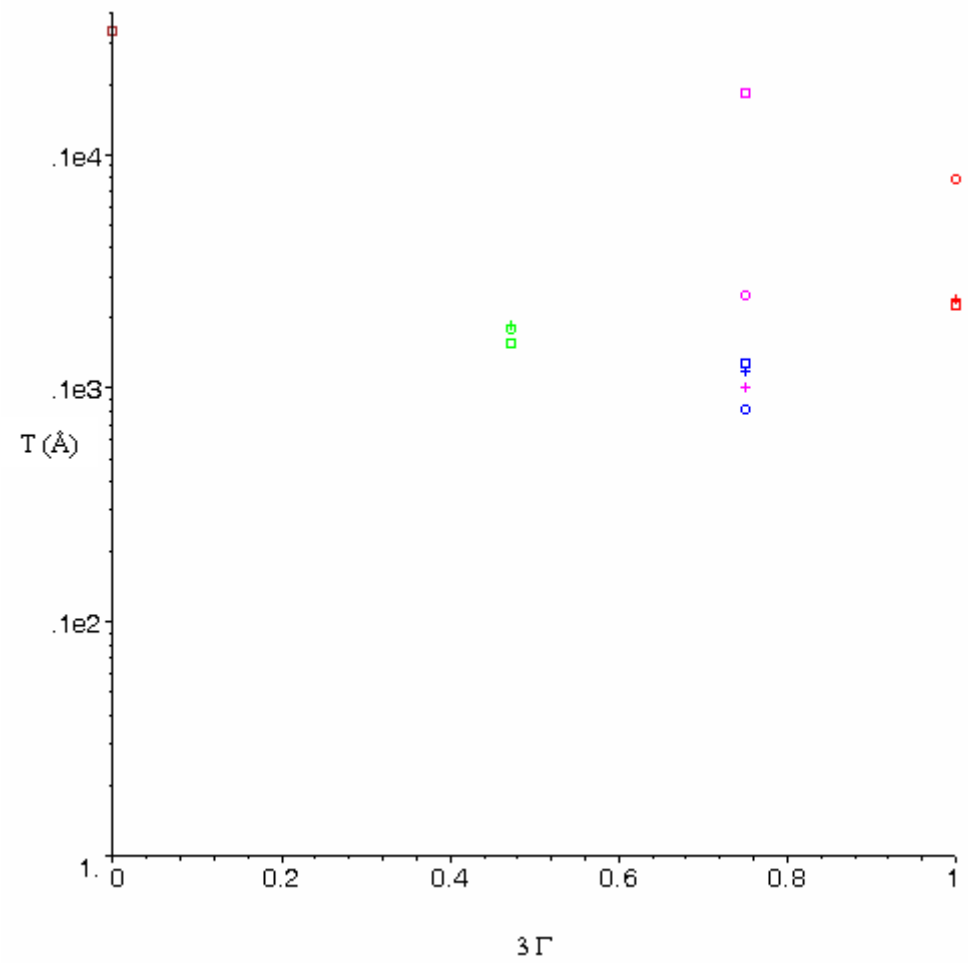
Cette méthode de calcul par dichotomie garantit la convergence vers le minimum car la fonction est continue. Néanmoins, la progression dans la recherche est plutôt lente puisque la vitesse de convergence est linéaire.

### 2.2.2. Résultats des premières analyses

Les résultats des analyses de la première méthode de calcul du degré de finition, exprimé en  $\text{\AA}$ , sont consignés dans les tableaux et représentés par les graphiques suivants.

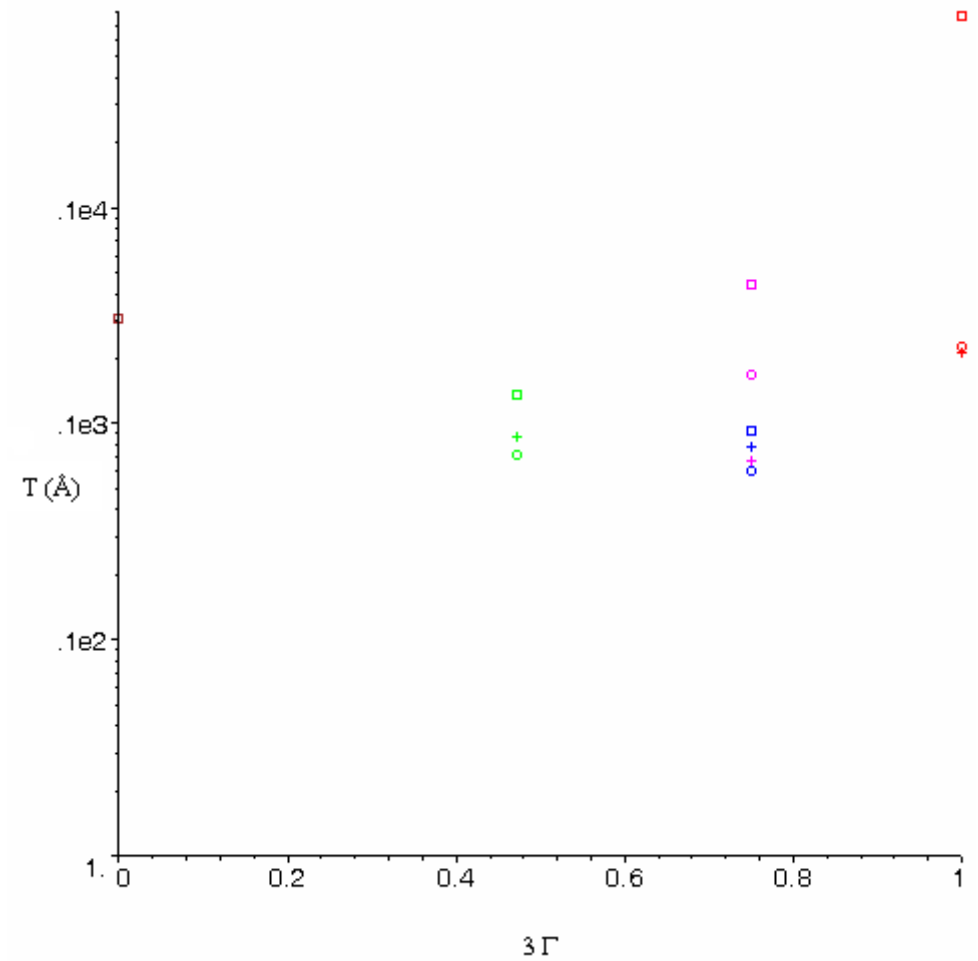


Graphique V.5 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_1$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.

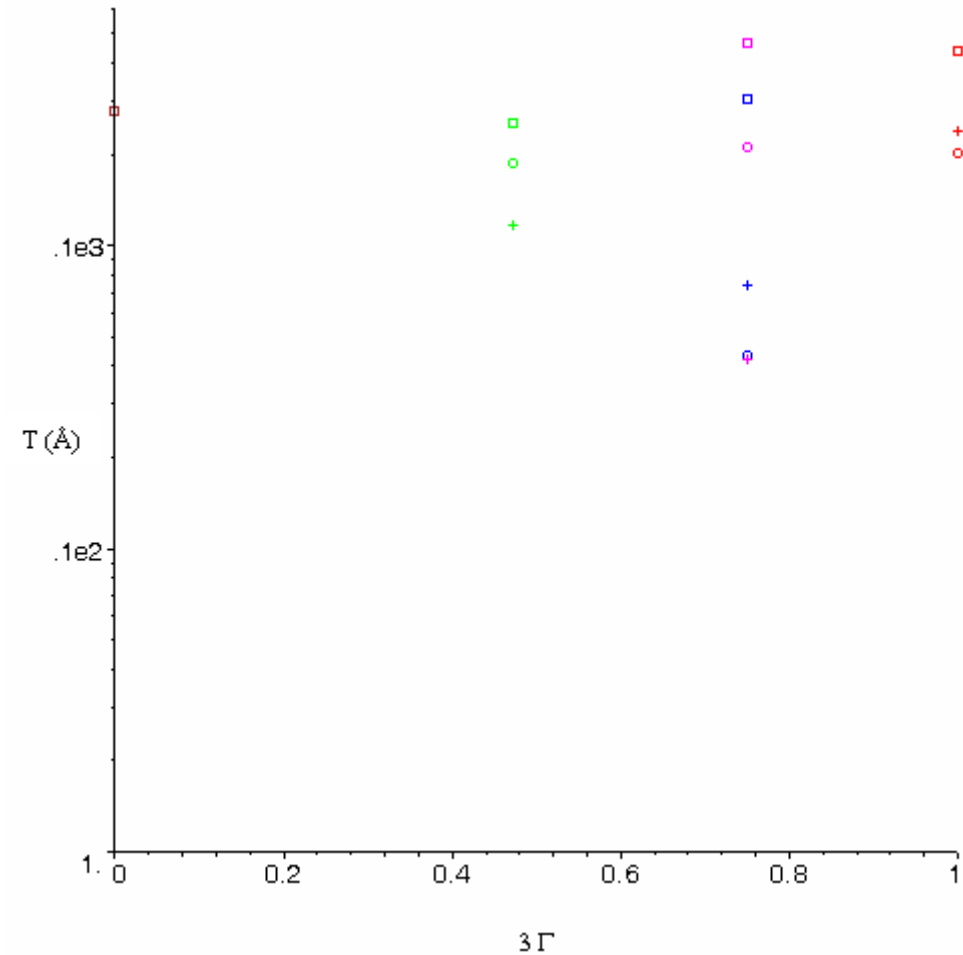


Graphique V.6 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_2$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.

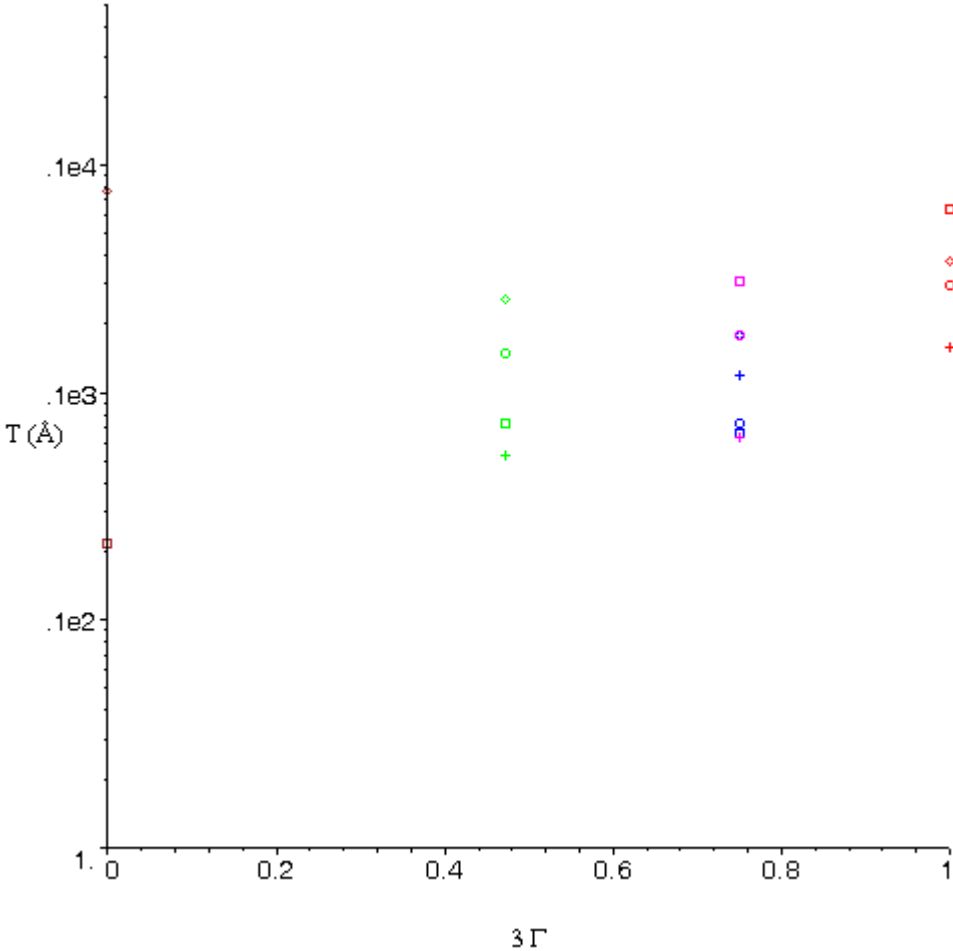




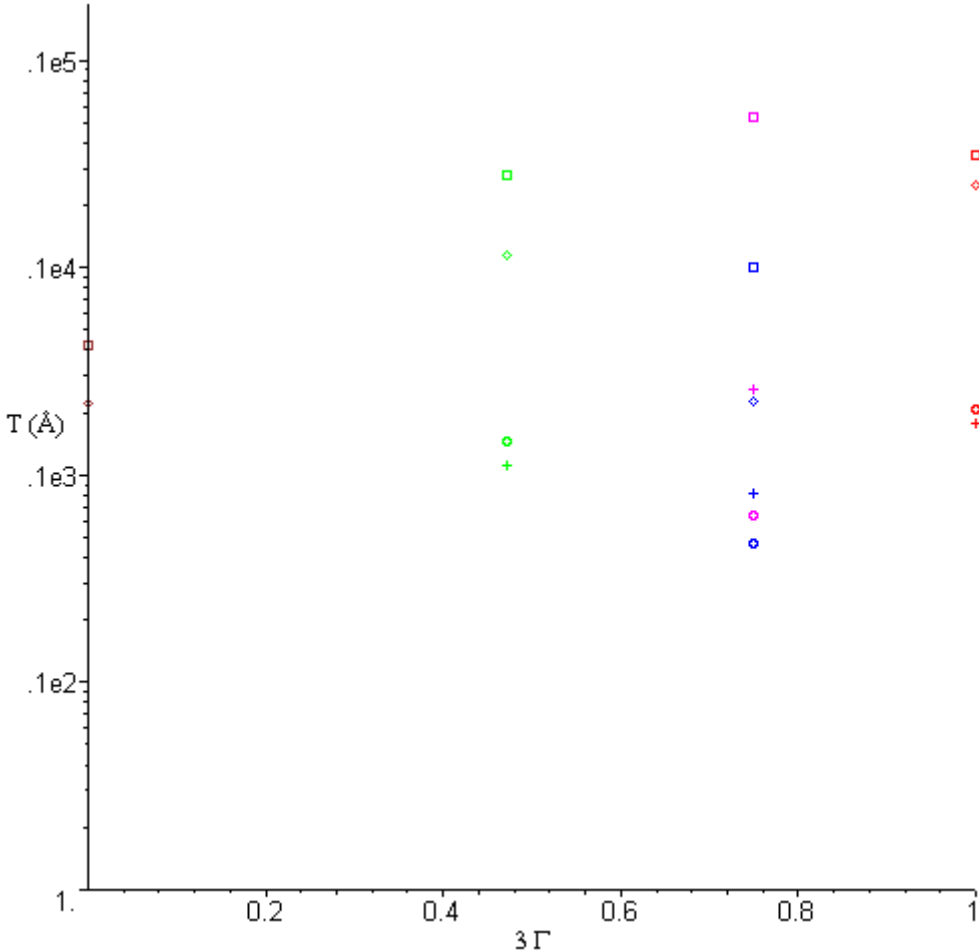
Graphique V.7 : évolution du degré de finition de la lentille L<sub>3</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.



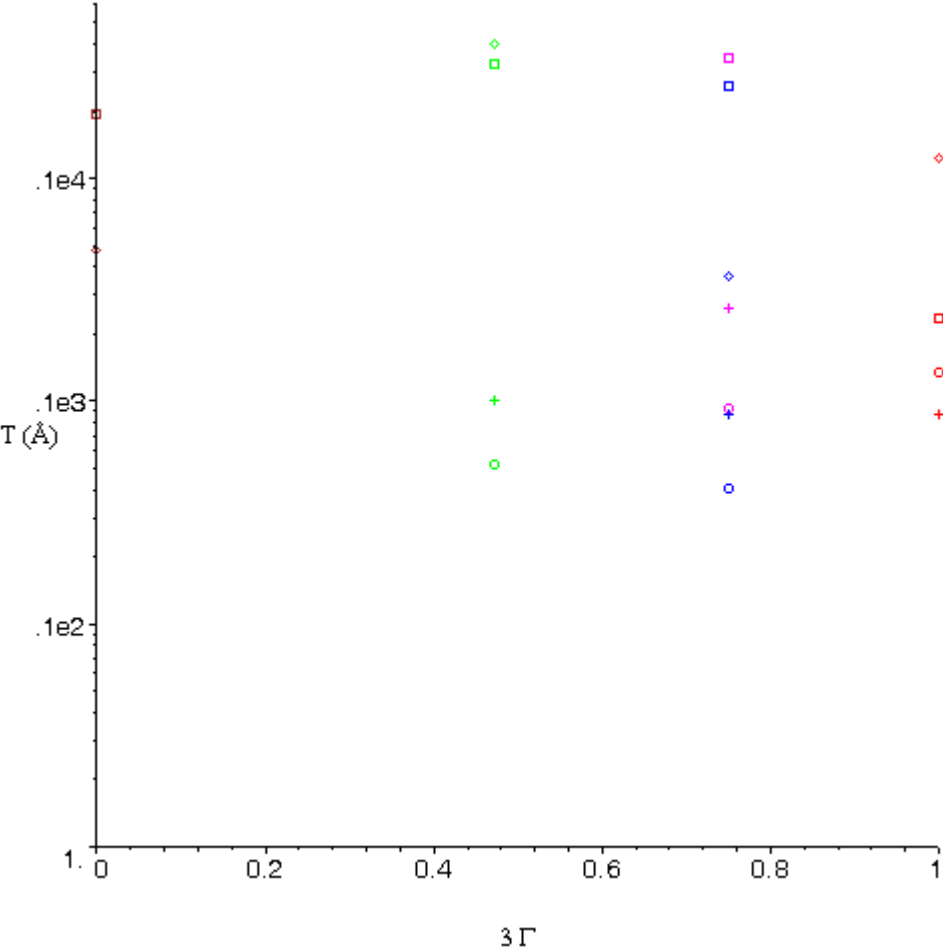
Graphique V.8 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_4$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.



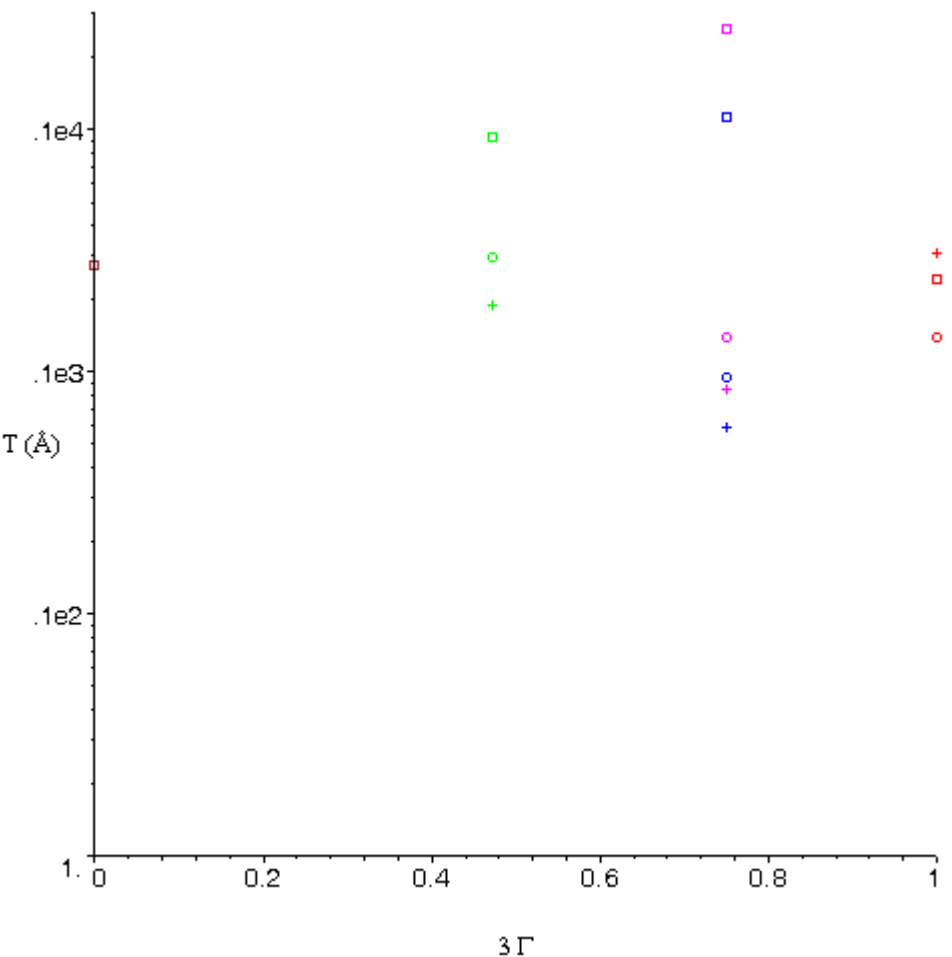
Graphique V.9 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_5$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.



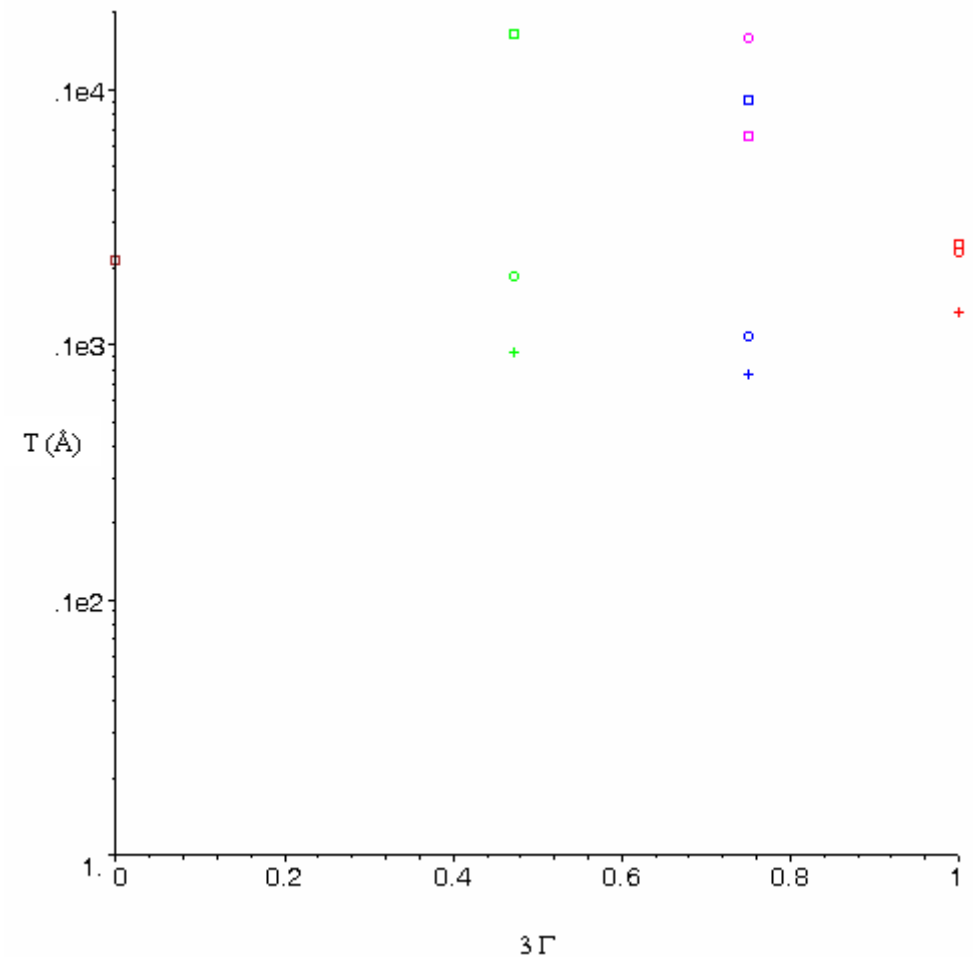
Graphique V.10 : évolution du degré de finition de la lentille L<sub>6</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.



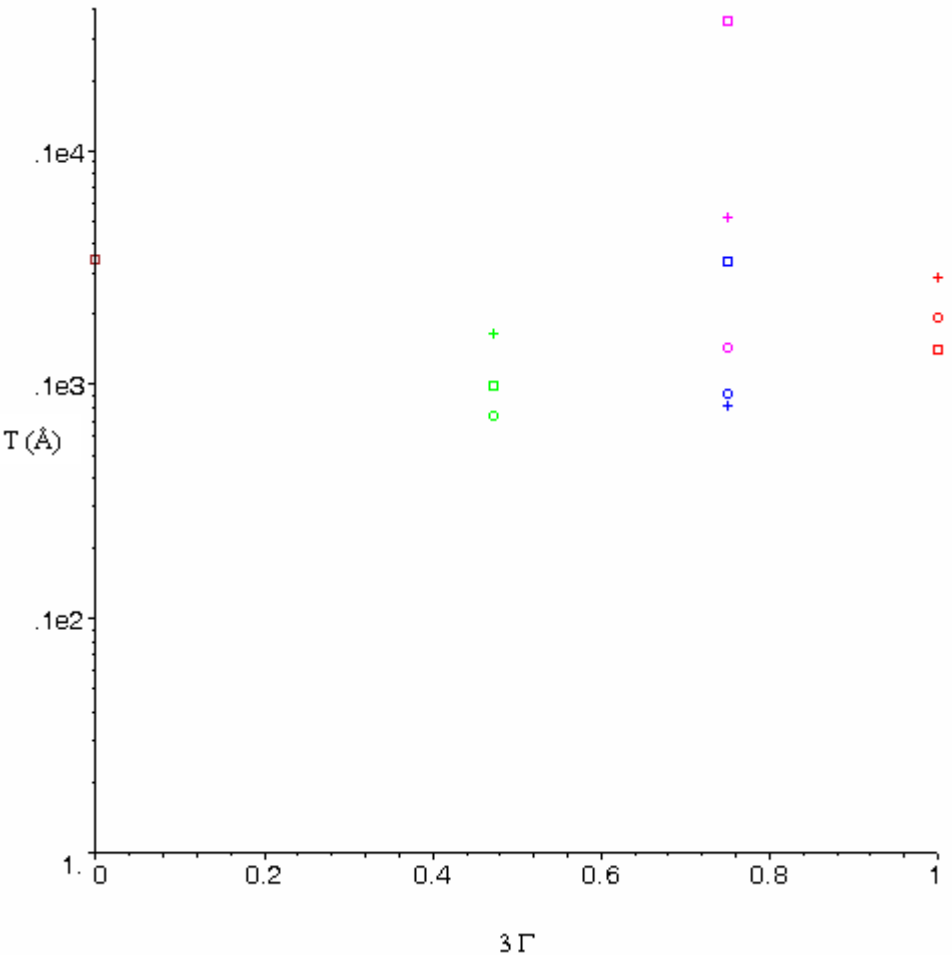
Graphique V.11 : évolution du degré de finition de la lentille L<sub>7</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.



Graphique V.12 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_8$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.



Graphique V.13 : évolution du degré de finition de la lentille L<sub>9</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.



Graphique V.14 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_{10}$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.



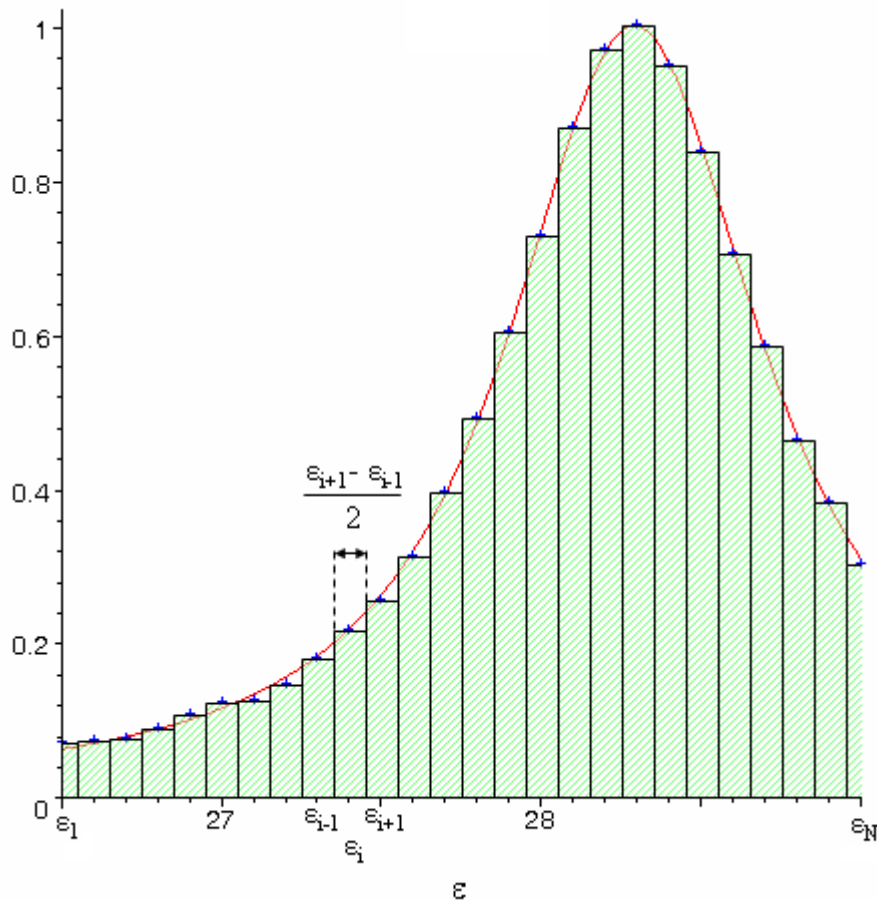
### 2.3. Méthode des aires

Contrairement à la première méthode d'estimation du paramètre T, la méthode des aires ne tient pas compte de la déviation des points. En effet, cette seconde méthode consiste à déterminer le degré de finition T tel que l'aire sous la courbe théorique soit égale à l'aire calculée à partir des données expérimentales (Équation V.7).

$$\int_{\varepsilon_1}^{\varepsilon_N} A(\varepsilon, T) d\varepsilon = \sum_{i=2}^{N-1} I_i \times \left( \frac{\varepsilon_{i+1} - \varepsilon_{i-1}}{2} \right) + I_1 \times (\varepsilon_2 - \varepsilon_1) + I_N \times (\varepsilon_N - \varepsilon_{N-1})$$

Équation V.7

L'opération qui consiste à calculer l'aire à partir des données expérimentales se fait de la manière suivante : d'abord l'intervalle  $[\varepsilon_1, \varepsilon_N]$  est discrétisé en N points, tel que pour tout i de l'intervalle  $[1, N]$ , la différence  $\varepsilon_{i+1} - \varepsilon_i$  soit constante. Cela signifie que le pas de discrétisation est toujours le même.



Graphique V.15 : calcul des aires sous la courbe théorique et à partir des points issus des analyses de données.

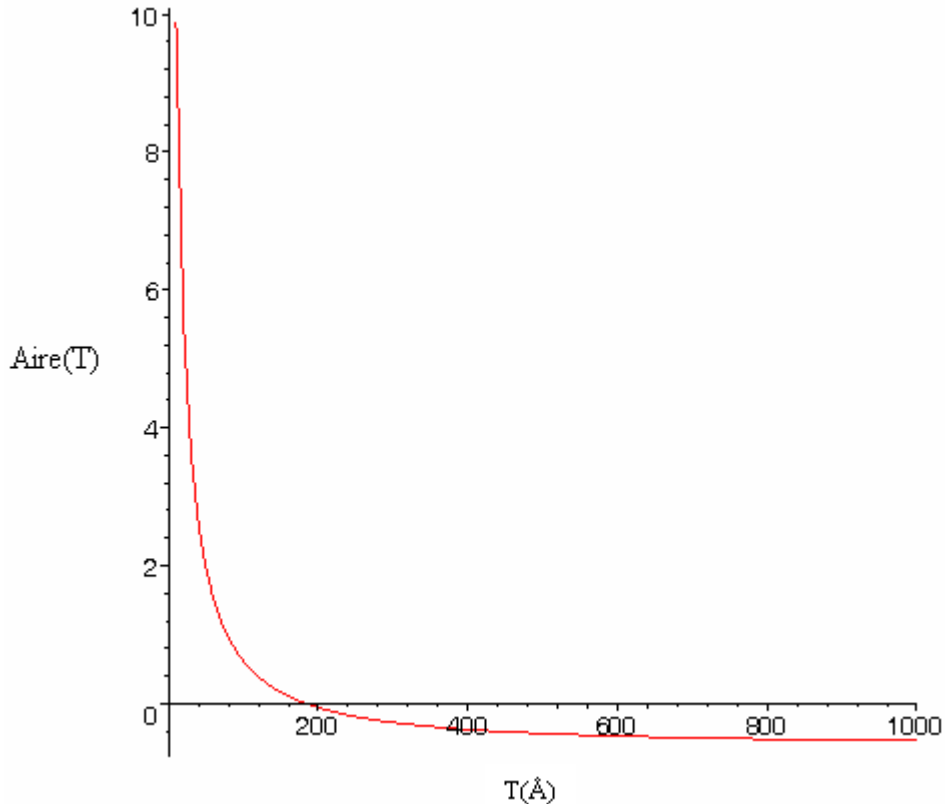
Ces N points correspondent aux N valeurs issues de l'analyse des figures de pôles. Le fait que le pas de discrétisation soit constant n'est pas absurde puisque les données expérimentales extraites des pôles ont été faites avec un pas de mesure fixe en  $\varphi$  et en  $\psi$ . On calcule ensuite l'aire de chaque rectangle, défini à partir de chaque point  $\varepsilon_i$  correspondant, ayant pour hauteur l'intensité  $I_i$ , et pour largeur  $(\varepsilon_{i+1}-\varepsilon_{i-1})/2$  (*Graphique V.15*).

Quant au calcul de l'aire sous la courbe, il se fait de manière classique, car il suffit de calculer l'intégrale de la fonction représentative du modèle théorique. Cette dernière est intégrable puisque composée de fonctions intégrables sur l'intervalle  $[\varepsilon_1, \varepsilon_N]$ .

$$Aire(T) = \int_{\varepsilon_1}^{\varepsilon_N} A(\varepsilon, T) d\varepsilon - \left[ \sum_{i=2}^{N-1} I_i \times \left( \frac{\varepsilon_{i+1} - \varepsilon_{i-1}}{2} \right) + I_1 \times (\varepsilon_2 - \varepsilon_1) + I_N \times (\varepsilon_N - \varepsilon_{N-1}) \right]$$

Équation V.8

Une fois ces deux mesures obtenues, il suffit de calculer leur différence (*Équation V.8*) et de déterminer le point d'intersection de cette nouvelle courbe (*Graphique V.16*) avec l'axe des abscisses (*Équation V.9*), la variable étant dans cette nouvelle fonction le degré de finition T.



Graphique V.16 : exemple de représentation de la différence entre l'aire de la courbe théorique et l'aire obtenue à partir des données expérimentales.

La preuve de l'existence d'une solution à l'équation (Équation V.9) vient du théorème des valeurs intermédiaires (Théorème V.3) puisqu'il existe alors au moins un point où la fonction coupe l'axe des abscisses.

$$\int_{\varepsilon_1}^{\varepsilon_N} A(\varepsilon, T) d\varepsilon - \left[ \sum_{i=2}^{N-1} I_i \times \left( \frac{\varepsilon_{i+1} - \varepsilon_{i-1}}{2} \right) + I_1 \times (\varepsilon_2 - \varepsilon_1) + I_N \times (\varepsilon_N - \varepsilon_{N-1}) \right] = 0$$

Équation V.9

Soit  $f$  une fonction de  $\mathcal{R}$  dans  $\mathcal{R}$ , continue sur un intervalle  $I$ . Alors, pour tous réels  $a$  et  $b$  de  $I$ , et pour tout réel  $k$  compris entre  $f(a)$  et  $f(b)$ , il existe au moins un réel  $c$  compris entre  $a$  et  $b$  tel que  $f(c)=k$ .

Théorème V.3 : théorème des valeurs intermédiaires

La recherche d'une intersection entre la courbe représentative de l'aire et l'axe des abscisses est un cas particulier du théorème précédent où  $k = 0$ .

### 2.3.1. Explication de la méthode des sécantes

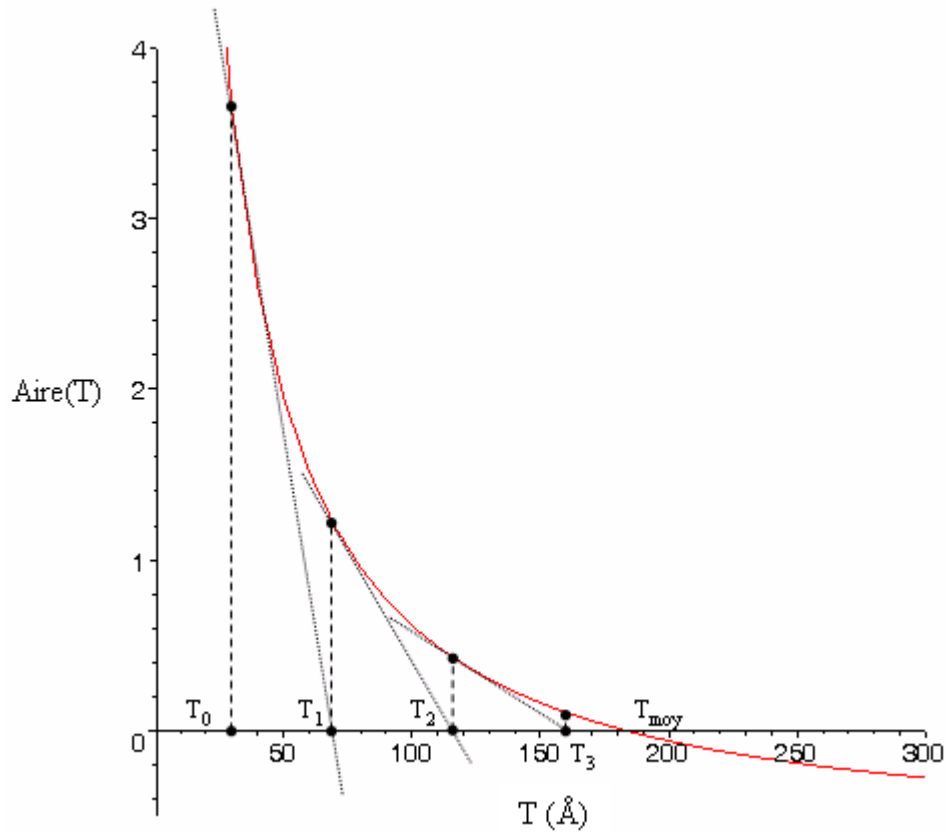
Avant tout, il est bon de rappeler la méthode de Newton (appelée également méthode de Newton-Raphson) qui utilise la formule récurrente suivante (Équation V.10). Cette méthode permet de déterminer l'intersection entre la courbe et l'axe des abscisses à condition de choisir une valeur d'abscisse initiale  $T_0$  proche de la solution :

$$T_{n+1} = T_n - \frac{\text{Aire}(T_n)}{\text{Aire}'(T_n)}$$

Équation V.10

Cette méthode peut ne pas converger si le point initial se situe trop loin du zéro de la fonction. Cependant, lorsqu'elle converge, elle est beaucoup plus rapide que la méthode de la dichotomie et sa complexité est quadratique.

Quant à la méthode de la sécante (Graphique V.17), elle découle de la méthode de Newton précédente.



Graphique V.17 : calcul du zéro de la fonction par la méthode de la sécante.

Il suffit de remplacer la dérivée par une différence finie. La relation récurrente est alors donnée par la formule (Équation V.11) :

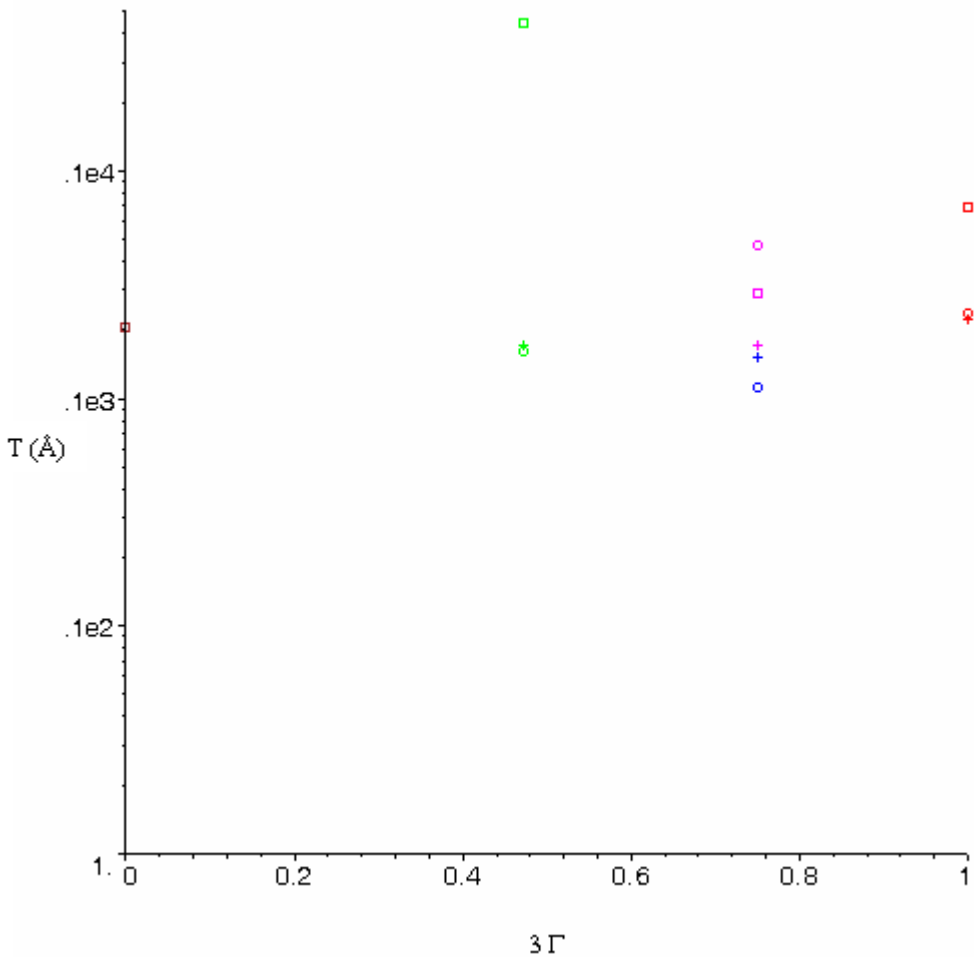
$$T_{n+1} = T_n - \frac{T_n - T_{n-1}}{Aire(T_n) - Aire(T_{n-1})} \times Aire(T_n)$$

Équation V.11

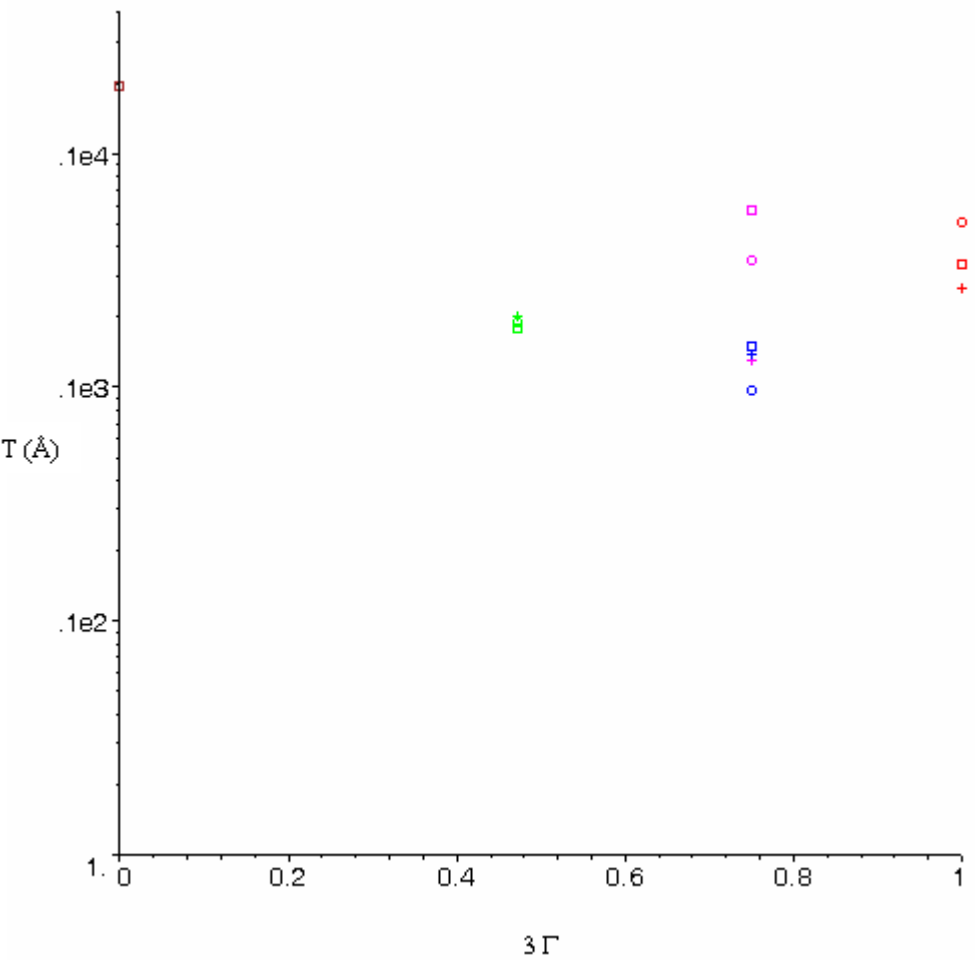
Ainsi, cette dernière méthode ne requiert pas de calcul de dérivée, mais c'est au prix d'une vitesse de convergence plus lente.

### 2.3.2. Résultats des secondes analyses

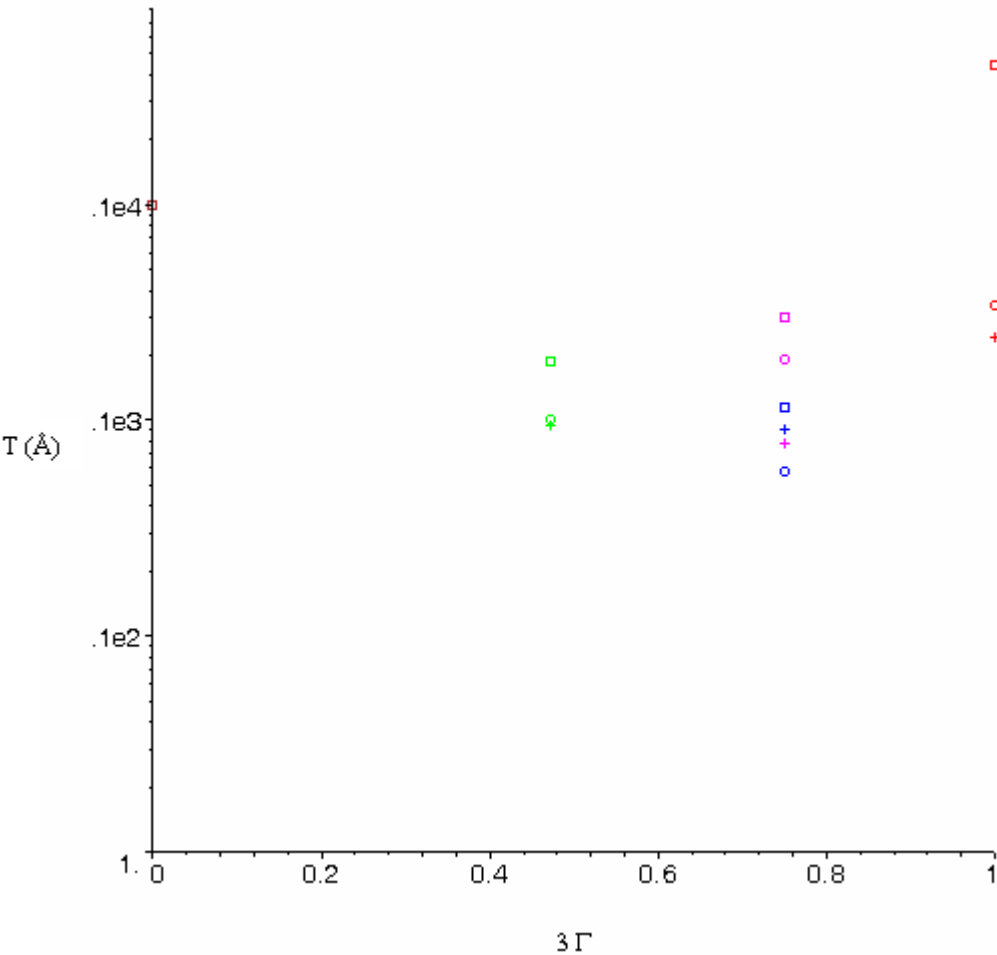
Les résultats des analyses de la première méthode de calcul du degré de finition, exprimé en Å, sont consignés dans les tableaux et représentés par les graphiques suivants.



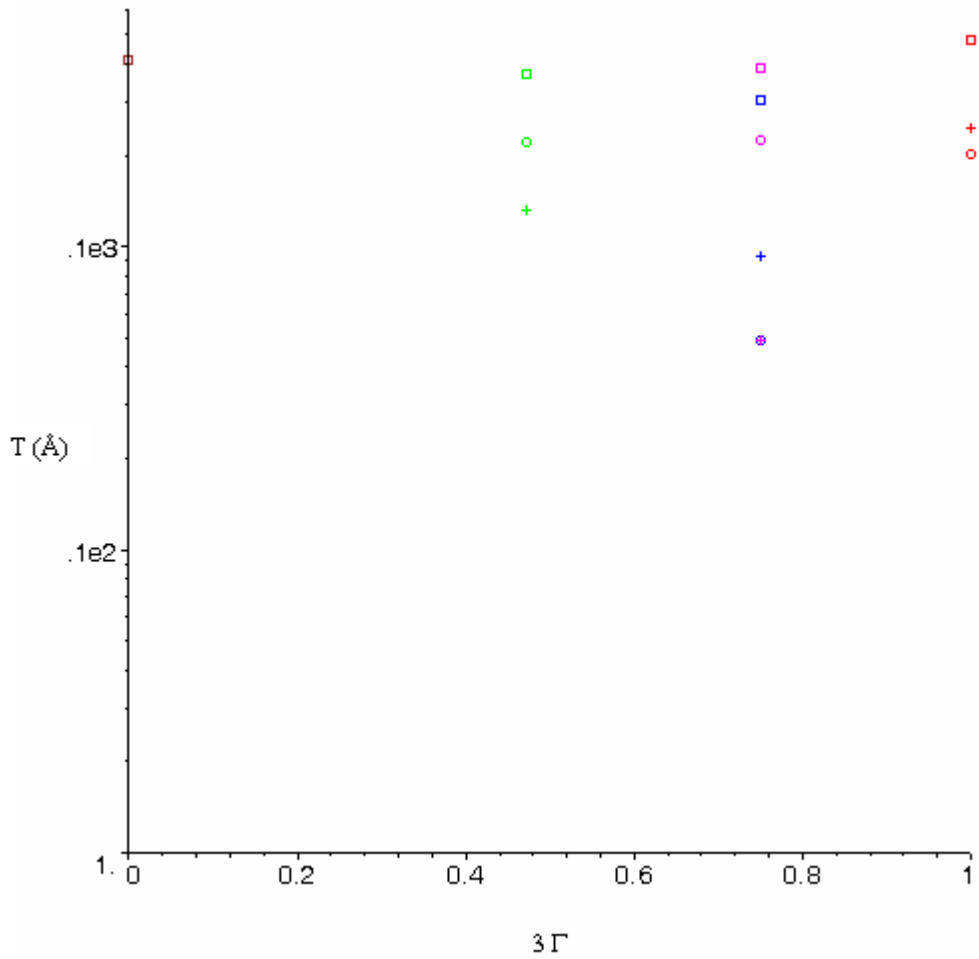
Graphique V.18 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_1$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.



Graphique V.19 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_2$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.

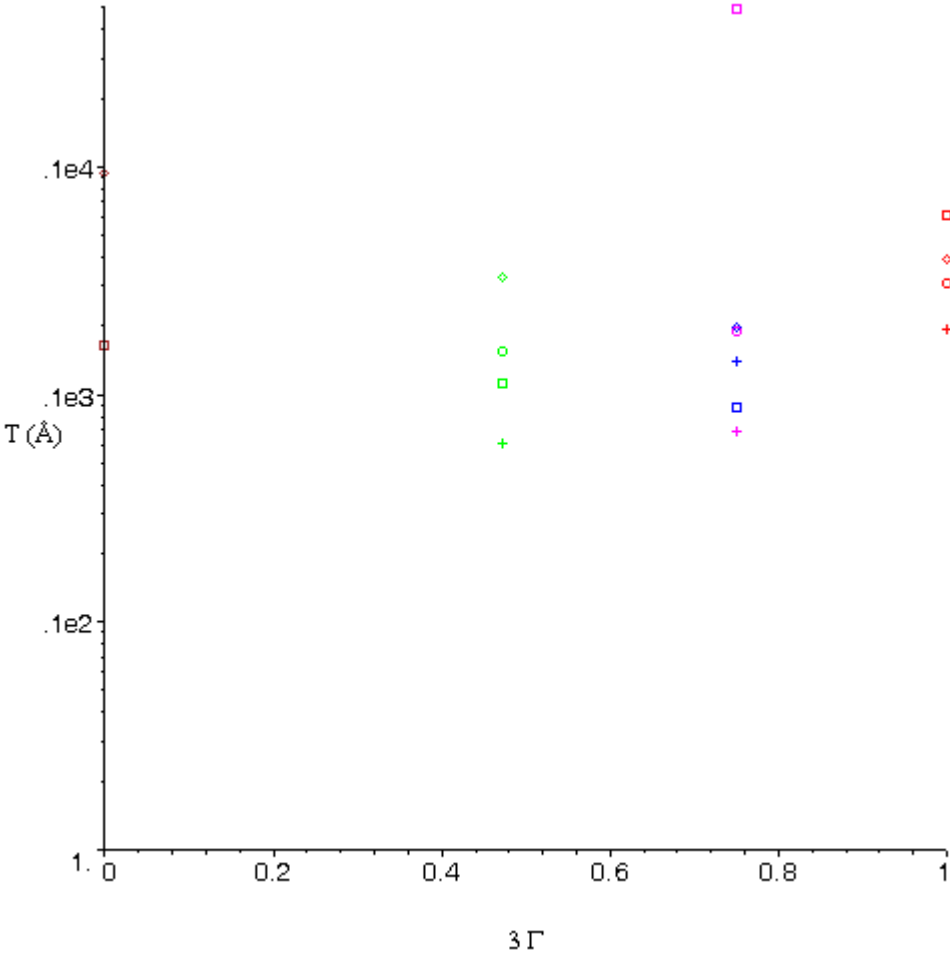


Graphique V.20 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_3$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.

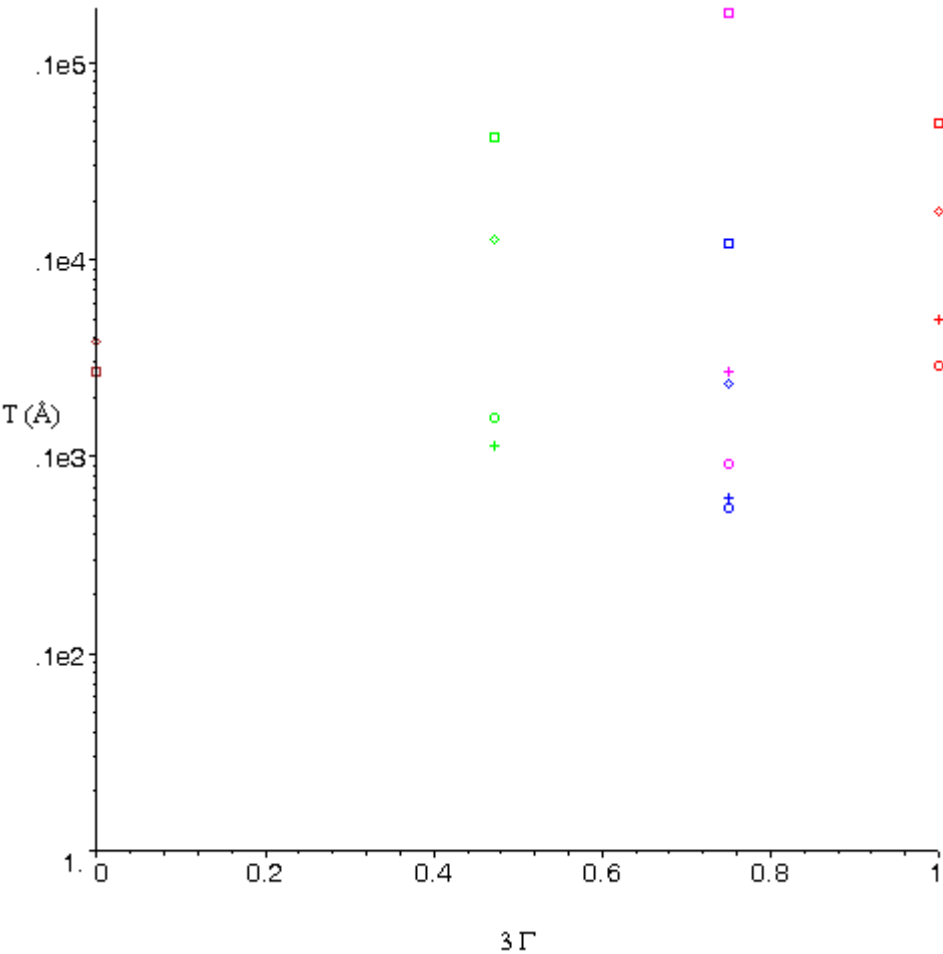


Graphique V.21 : évolution du degré de finition de la lentille L<sub>4</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.

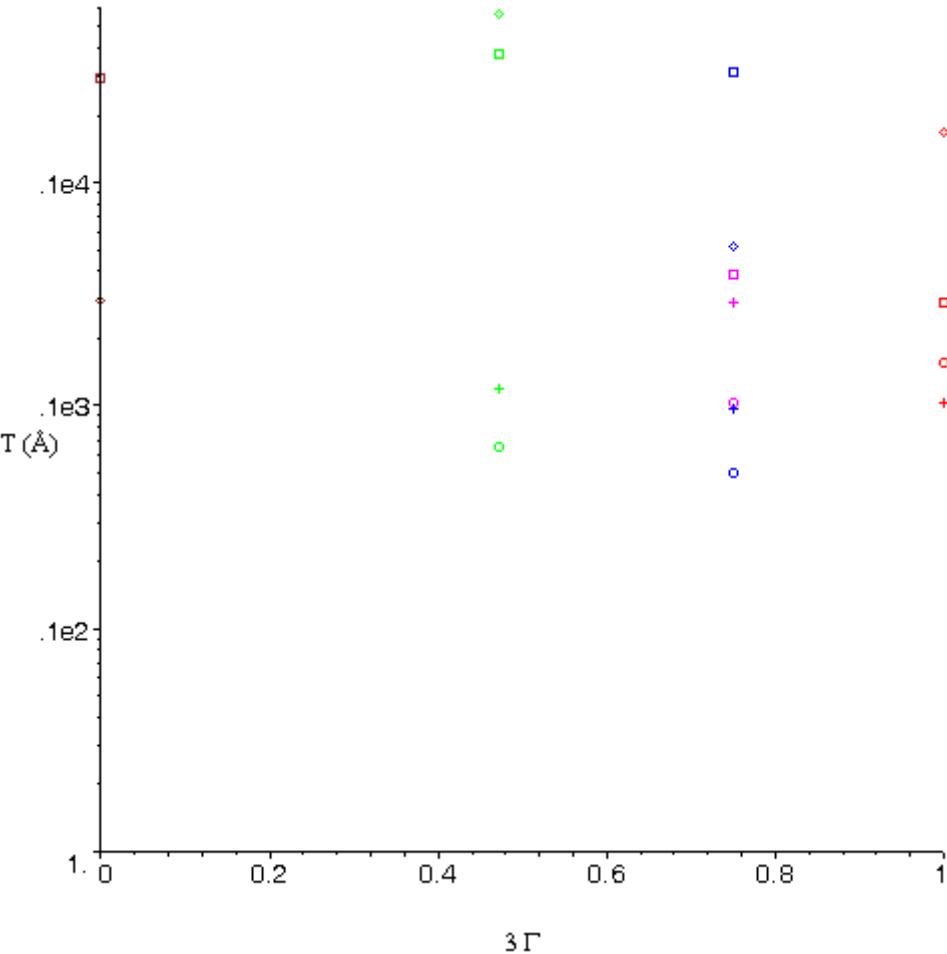




Graphique V.22 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_5$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.

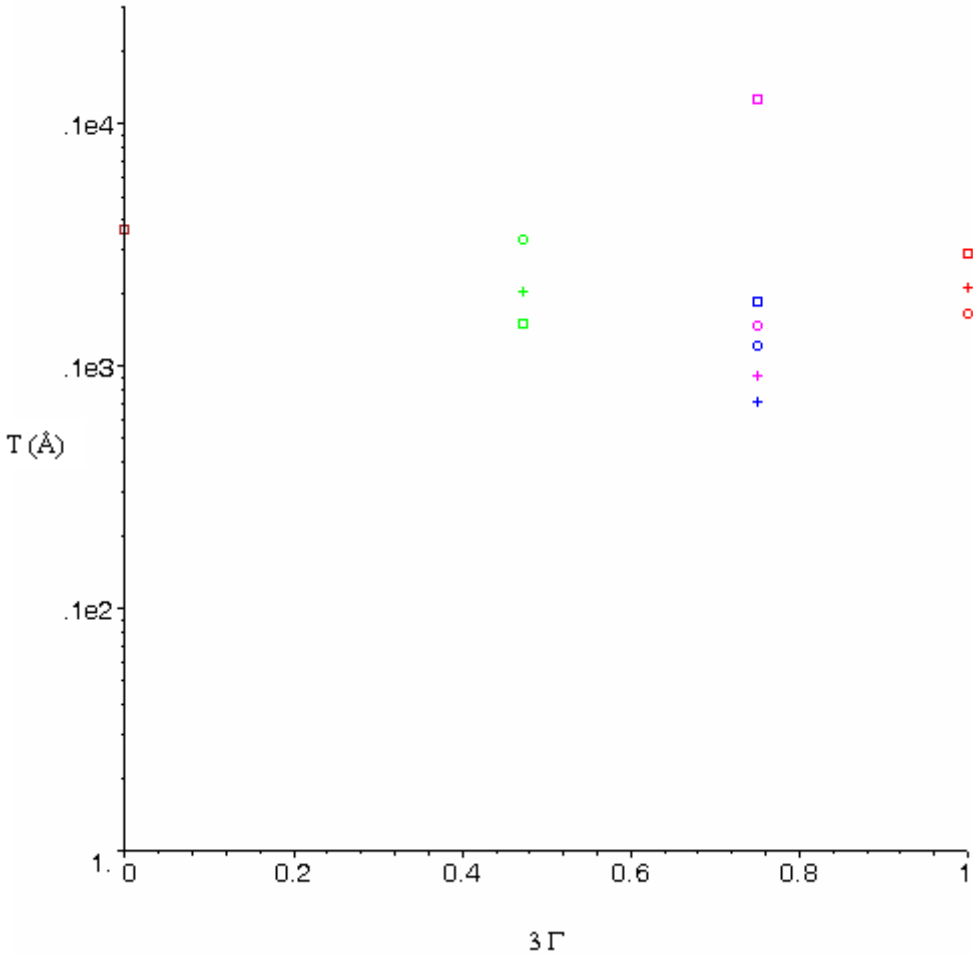


Graphique V.23 : évolution du degré de finition de la lentille L<sub>6</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.

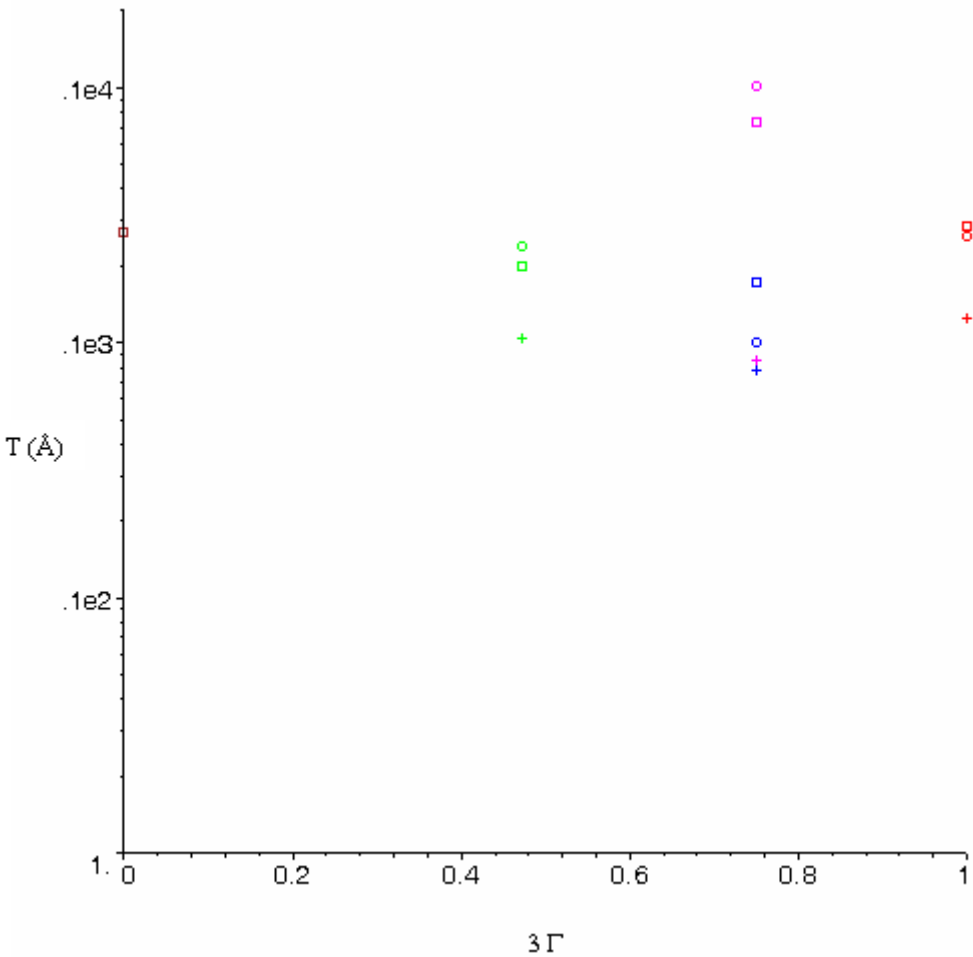


Graphique V.24 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_7$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.

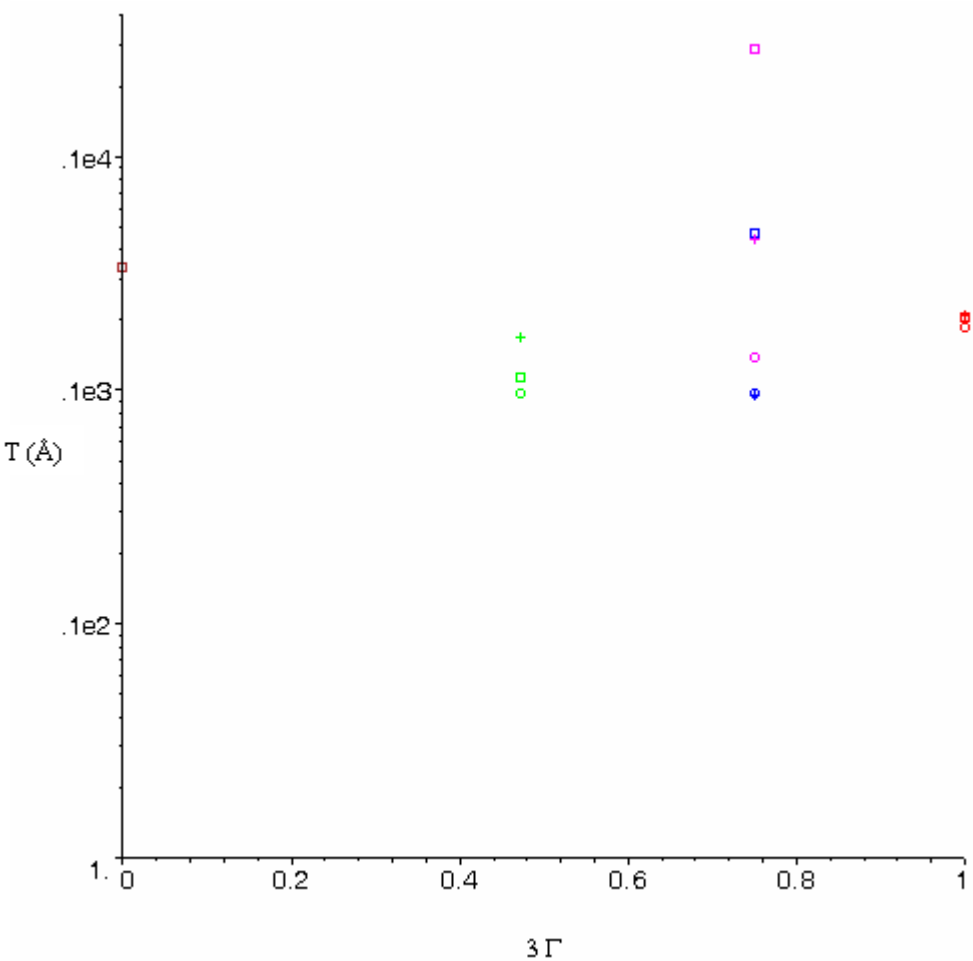
*cristallographique de la lentille L<sub>8</sub> et de l'orientation*



Graphique V.25 : évolution du degré de finition de la lentille L<sub>8</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.



Graphique V.26 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_9$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.



Graphique V.27 : évolution du degré de finition de la lentille  $L_{10}$  en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.

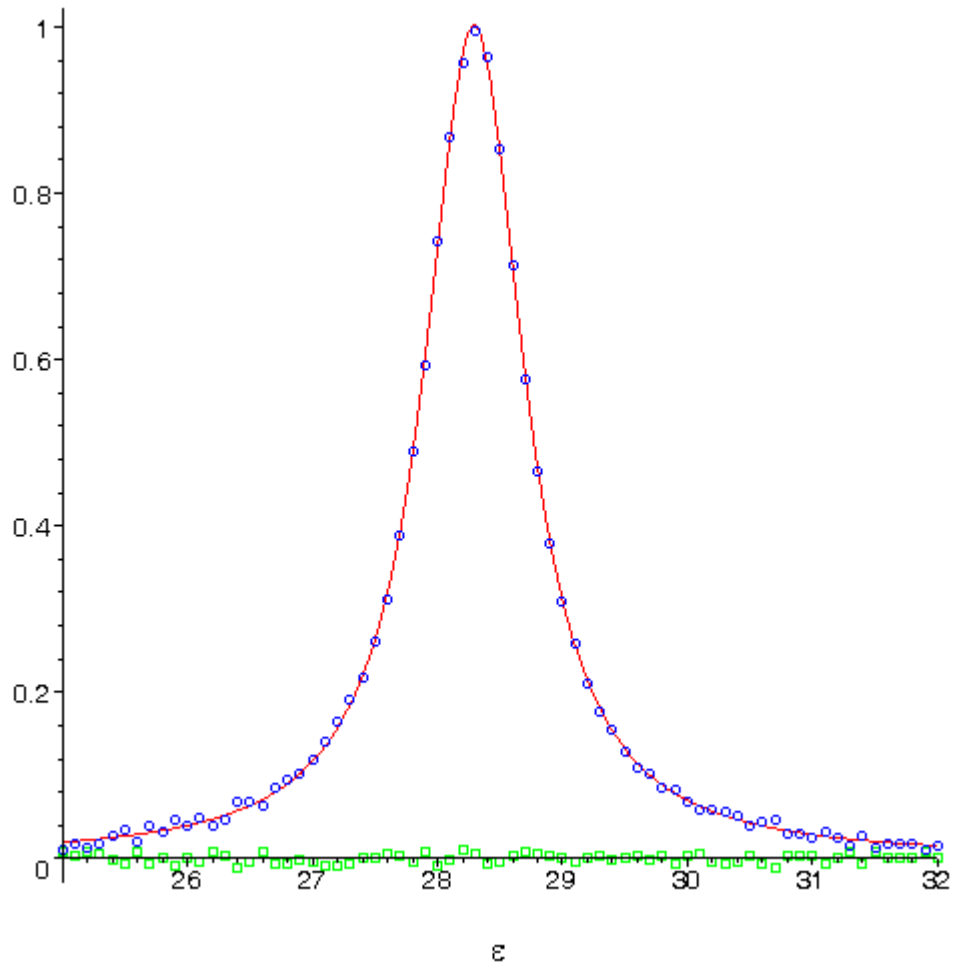
### **3. Interprétation des résultats**

Au cours de ces différents essais, une caractéristique microstructurale importante a été déterminée de deux manières différentes. Le degré de finition a été évalué, pour chacune des figures de pôles caractéristiques des échantillons et des usinages.

#### **3.1. Bilan des deux méthodes de calcul du degré de finition**

Les résultats obtenus des analyses et des méthodes d'approximation sont corrects. Les valeurs déterminées pour le paramètre T sont conformes aux attentes et traduisent bien le fait que la qualité de la microstructure de la fluorine s'améliore nettement au fil des usinages (*Graphique V.28*).

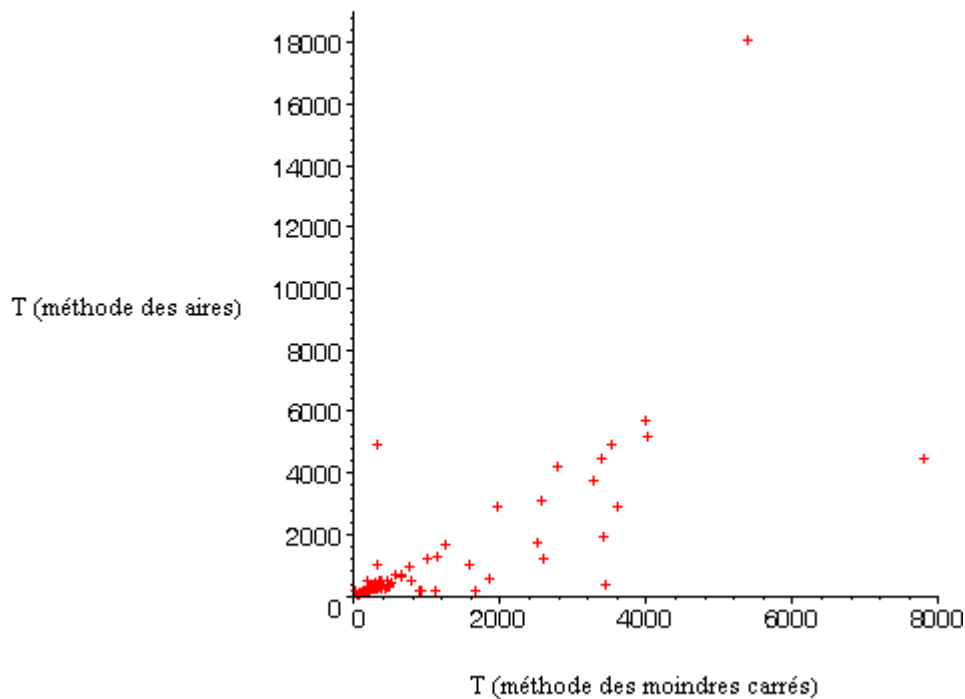
En outre, la plupart des courbes théoriques, représentatives des pôles s'adaptent bien aux données expérimentales (*Graphique V.29*).



Graphique V.29 : interpolation (en rouge) des données expérimentales (en bleu) et estimation de la différence entre les deux courbes (en vert).

D'un point de vue analytique, les résultats sont plus mitigés. En outre, il est possible de rapprocher les résultats obtenus pour chaque analyse, entre les deux méthodes de calcul (Graphique V.28), pour les différents usinages. Globalement, il ressort de cette analyse que les valeurs de T obtenues à chaque étape de la réalisation des lentilles en fluorine orientée, sont relativement homogènes ; mais en comparant les différentes valeurs de T obtenues par les deux méthodes, il apparaît que pour des valeurs élevées de ce paramètre, le « nuage de points » est très étalé (Graphique V.30) ; en revanche, pour des valeurs de T faibles ( $T \leq 1000$  Å), les points sont très proches les uns des autres.





Graphique V.30 : comparaison entre les valeurs obtenues par les deux différentes méthodes de calcul de  $T$  (en Å).

Cela s'explique par le fait que le pôle représentatif d'un disque brut en fluorine orientée est très étendu et donc de nombreux points seront utilisés afin de déterminer la courbe interpolant le mieux ces données. Inversement, pour une lentille finie, le nombre de points permettant de calculer cette interpolation est très faible et conduira inévitablement à des erreurs d'estimation. Néanmoins, même si les valeurs obtenues par les deux méthodes ne sont pas parfaitement exactes, elles traduisent bien le fait que le paramètre  $T$  augmente en fonction de la qualité du cristal constituant la lentille.

### 3.2. Approximation linéaire des données expérimentales

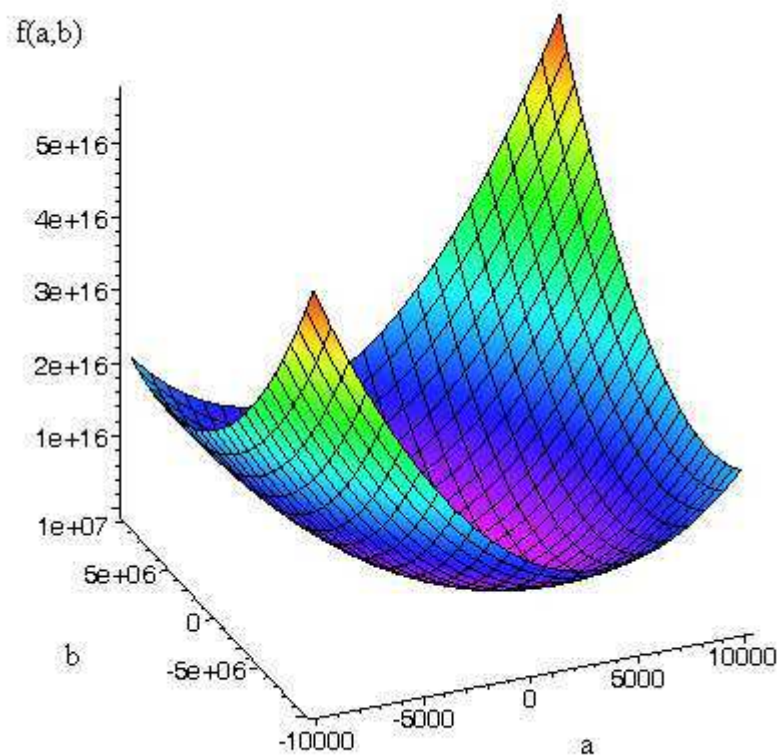
A partir de ces données, il est également possible de déterminer une droite représentative de ce nuage de points. Une régression linéaire à partir des valeurs de  $T$ , obtenues à l'aide des deux méthodes précédentes, va donc être effectuée afin de déterminer la droite  $D$  passant au plus près de ces points au sens de la méthode des moindres carrés (Chapitre V, §2.2.1). Il convient alors de minimiser la fonction suivante (Équation V.11) dans

laquelle la quantité  $(y_i - a \times x_i - b)^2$  représente le carré de la distance verticale du point considéré  $(x_i, y_i)$  à la droite D (Chapitre V, §2.2.1).

$$f(a,b) = \sum_{i=1}^N (y_i - a \times x_i - b)^2$$

Équation V.12

Résoudre cette équation revient donc à déterminer les valeurs des paramètres a et b, correspondant respectivement au coefficient directeur de la droite D et à son ordonnée à l'origine, qui minimisent la somme ci-dessus.



Graphique V.31 : représentation en trois dimensions de la fonction  $f(a,b)$  caractérisant la droite de régression du nuage de points.

La courbe représentative (Graphique V.31) de la fonction précédente admet un minimum. Ce dernier existe de part le théorème de Rolle (Théorème V.1) et le théorème des bornes (Théorème V.2). Il est désormais possible de déterminer les paramètres a et b par une étude statistique sur les classes  $x_i$  et  $y_i$  (pour i variant de 1 à N).

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \times \sum_{i=1}^N x_i$$

Équation V.13

$$V_x = \frac{1}{N} \times \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2 = \overline{x^2} - \bar{x}^2$$

Équation V.14

A partir du calcul de la moyenne (Équation V.13), de la variance (Équation V.14) et de l'écart type (Équation V.15) des  $x_i$  puis des  $y_i$  et enfin de la covariance de ces deux classes (Équation V.16), il suffit alors de déterminer les coefficients a et b ainsi que le coefficient de corrélation linéaire R.

$$\sigma_x = \sqrt{V_x}$$

Équation V.15

$$\sigma_{x,y} = \frac{1}{N} \times \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x}) \times (y_i - \bar{y}) = \overline{x \times y} - \bar{x} \times \bar{y}$$

Équation V.16

Les coefficients a, b et R se déterminent à partir des formules suivantes (Équation V.17, Équation V.18 et Équation V.19) :

$$a = \frac{\sigma_{x,y}}{V_x}$$

Équation V.17

$$b = \bar{y} - a \times \bar{x} = \bar{y} - \frac{\sigma_{x,y}}{V_x} \times \bar{x}$$

Équation V.18

$$R = \frac{\sigma_{x,y}}{\sigma_x \times \sigma_y}$$

Équation V.19

Les premières valeurs, calculées pour l'ensemble des points, sont consignées dans le tableau suivant (*Tableau V.24*) :

	<b>T<sub>points</sub></b>	<b>T<sub>aire</sub></b>
<b>Nombre de points</b>	142	
<b>Moyenne</b>	630.0318358	726.6449958
<b>Variance</b>	1340308.931	3401833.550
<b>Écart type</b>	1157.717120	1844.406015
<b>Covariance</b>	1579025.973	
<b>a</b>	1.178105985	
<b>b</b>	-15.5992807	
<b>R</b>	0.7394865653	

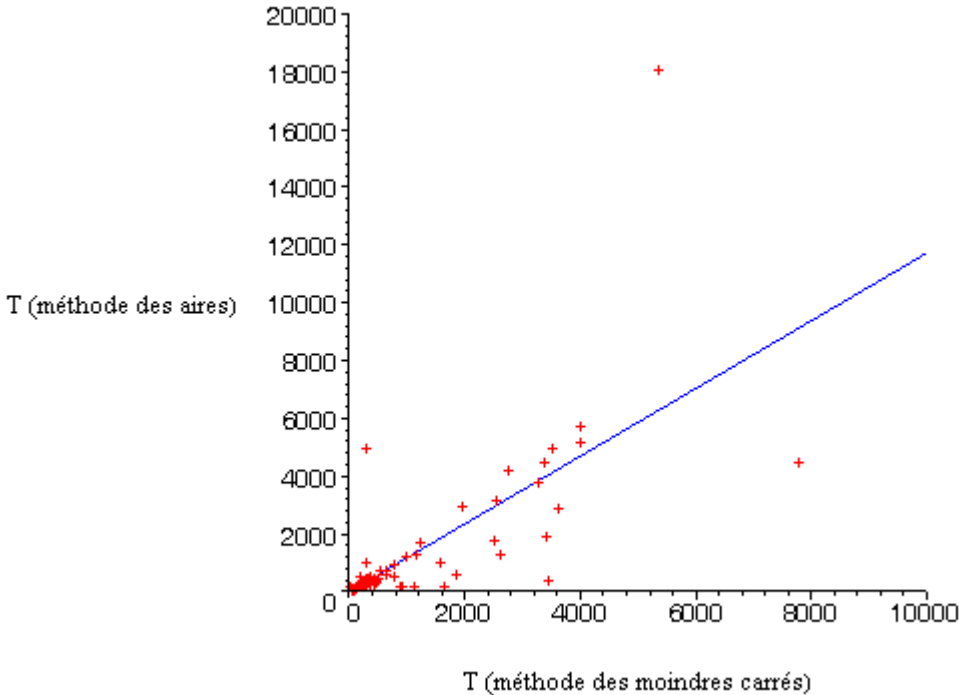
*Tableau V.24 : résultats des calculs des paramètres de la droite de régression.*

La droite de régression linéaire donnant les meilleurs résultats pour l'ensemble du nuage de points est donc donnée par l'équation suivante (*Équation V.20*) et est représentée en début de paragraphe (*Graphique V.32* et *Graphique V.33*) :

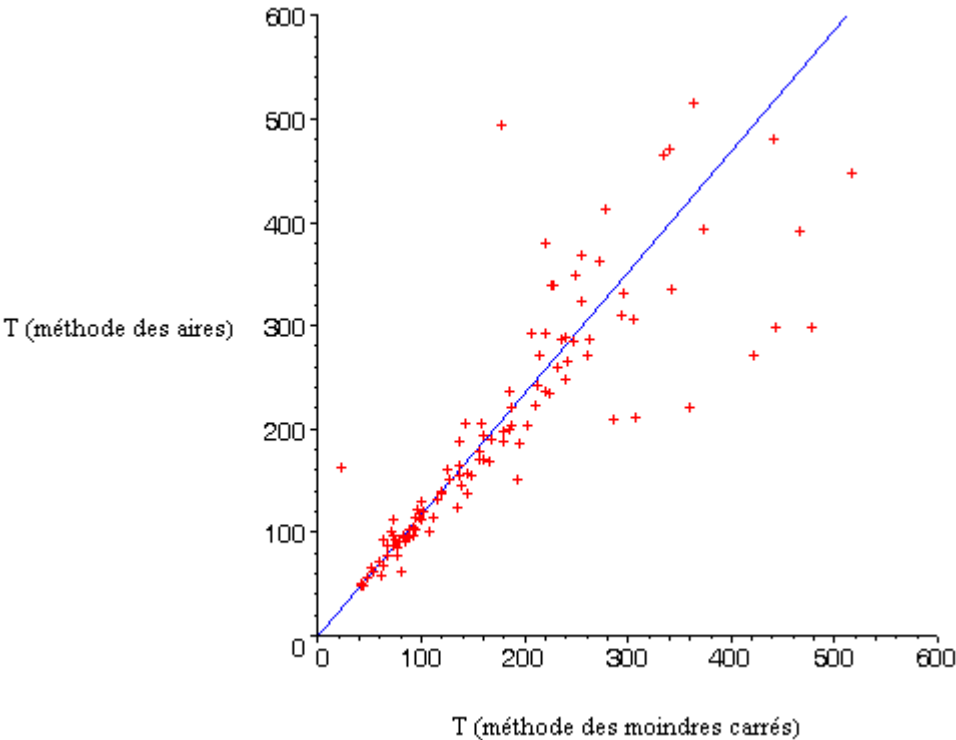
$$T_{aires} = 1.178105985 \times T_{points} - 15.5992807$$

*Équation V.20*

Le coefficient de corrélation associé à cette équation est  $R = 0.7394865653$ . En pratique, on considère que l'ajustement est correct lorsque ce coefficient est, en valeur absolue, supérieure à  $\sqrt{3}/2$  (soit environ 0.8660254040). Comme cette valeur est supérieure au R trouvé, nous allons considérer uniquement la zone du nuage de points où le degré de finition T est sensiblement la même pour les deux méthodes.



Graphique V.32 : comparaison entre les valeurs (en Å) obtenues par les deux méthodes de calcul de T (en rouge) et la droite représentative (en bleu) de l'ensemble du nuage de points.



Graphique V.33 : comparaison entre les valeurs (en Å) obtenues par les deux méthodes de calcul de T (en rouge) et la droite représentative (en bleu) d'une partie du nuage de points ( $T \leq 600\text{Å}$ ).

Il est nécessaire de restreindre le calcul à des valeurs du paramètre de taille faibles, c'est-à-dire  $T \leq 600 \text{ \AA}$ . Il convient alors de considérer le nouveau tableau de données suivant (*Tableau V.25*) :

	<b>T<sub>points</sub></b>	<b>T<sub>aire</sub></b>
<b>Nombre de points</b>	100	
<b>Moyenne</b>	155.5575330	177.3488066
<b>Variance</b>	6551.061088	8108.862488
<b>Écart type</b>	80.93862544	90.04922258
<b>Covariance</b>	6561.680282	
<b>a</b>	1.001620988	
<b>b</b>	21.5391167	
<b>R</b>	0.9002834637	

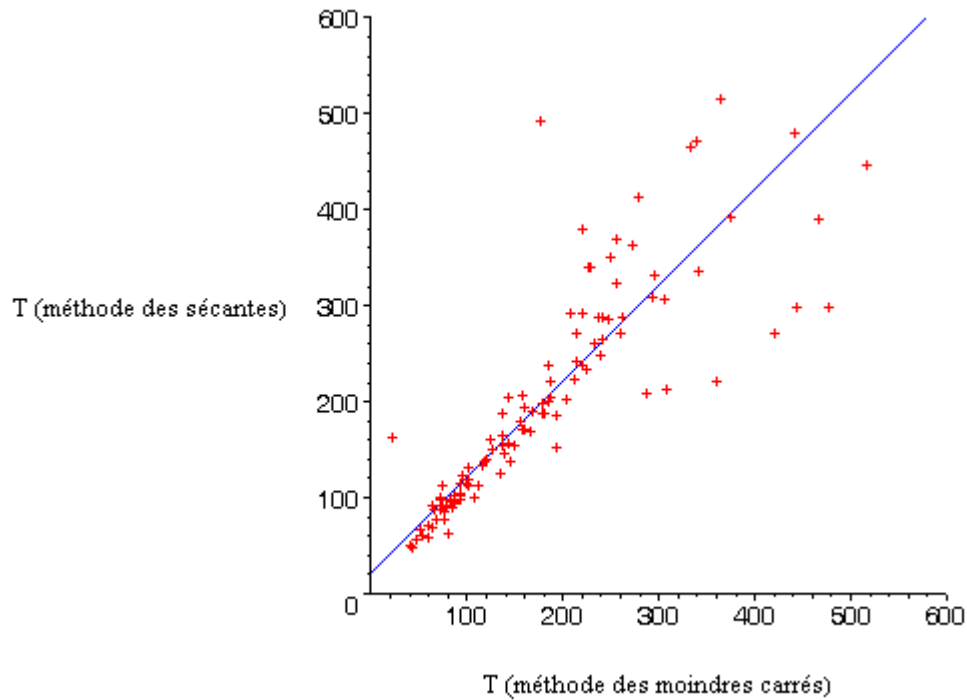
*Tableau V.25 : résultats des calculs des nouveaux paramètres de la droite de régression.*

La droite de régression linéaire présentant les meilleurs résultats est maintenant donnée par (*Équation V.21*) :

$$T_{aires} = 1.001620988 \times T_{points} + 21.5391167$$

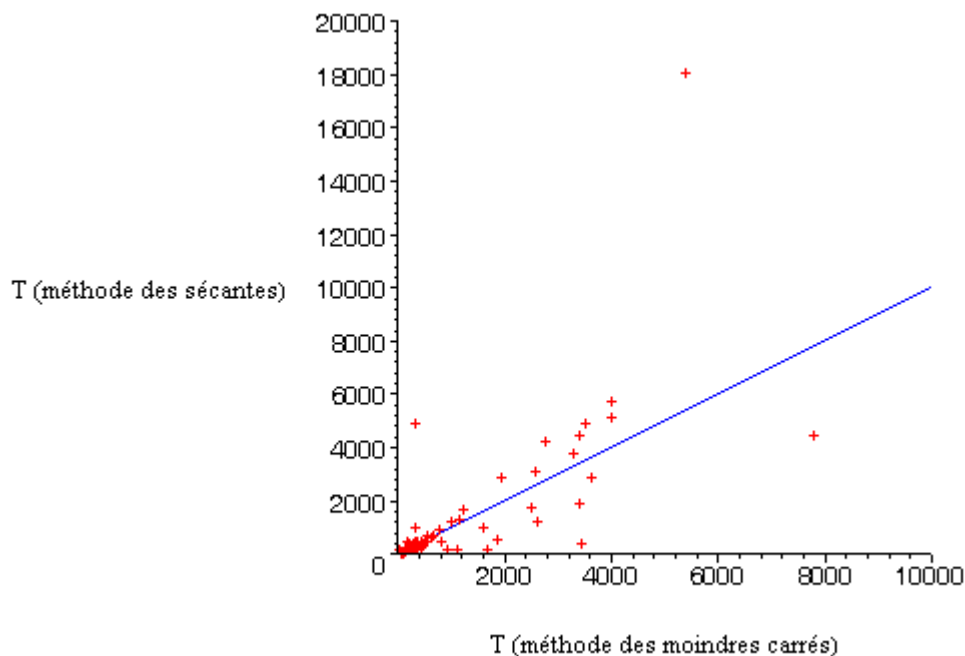
*Équation V.21*

Et, dans ce cas,  $R = 0.9002834637$ . Cette valeur est plus grande que le seuil d'acceptabilité généralement utilisé, donc cette nouvelle courbe peut être utilisée pour décrire assez précisément le nuage de points (*Graphique V.34*).



Graphique V.34 : comparaison entre les résultats obtenus par les différentes méthodes de calcul pour des valeurs de  $T$  faibles (en rouge) et la droite représentative (en bleu) d'une partie du nuage de points ( $T \leq 600 \text{ \AA}$ ).

Cette nouvelle approximation de la droite de régression reste correcte et décrit bien le nuage de points, même lorsqu'il est considéré à nouveau dans sa totalité (Graphique V.35), c'est-à-dire pour l'ensemble des valeurs de  $T$  calculées auparavant.



Graphique V.35 : comparaison entre les résultats obtenus par les différentes méthodes de calcul de  $T$  (en rouge) et la droite représentative (en bleu) d'une partie du nuage de points ( $T \leq 600 \text{ \AA}$ ).

A partir de là, une relation entre les deux méthodes de calcul a été trouvée et bien que l'ordonnée à l'origine des deux droites de régression ne soit pas nulle, le fait que leurs coefficients directeurs soient très proches de 1 montre que les deux méthodes donnent globalement les mêmes résultats. Les valeurs ainsi obtenues sont d'autant plus précises que le nombre de points issus des données expérimentales décrivant le profil des pôles est élevé.

### 3.3. Analyse du degré de finition des échantillons polis au fluide

#### MRF

Une fois les lentilles polies (*Chapitre III, §2.2.5*), elles sont mesurées sur un nouveau dispositif d'analyse de diffraction des rayons X. Cet appareillage est différent de celui utilisé précédemment (*Chapitre IV, §2*) et une approche différente du calcul du degré de finition est donc considérée.

L'analyse s'effectue d'abord à partir des figures de pôles des lentilles A et B (*Figure V.4 et Figure V.5*) obtenues par des mesures de diffraction des rayons X.

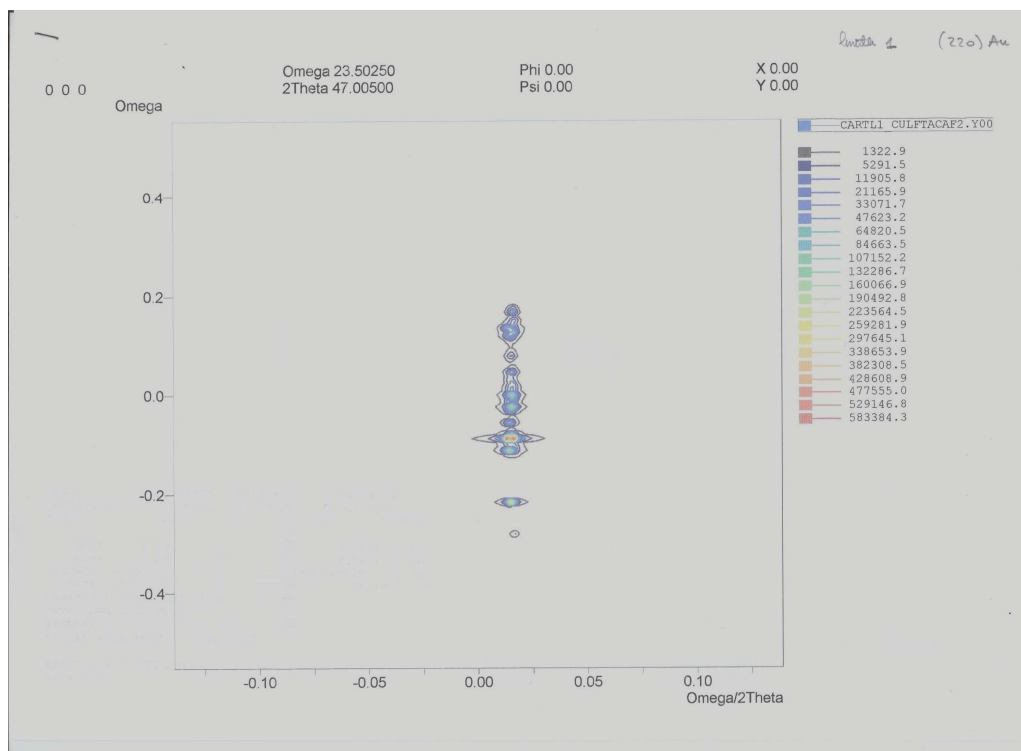


Figure V.4 : figure de pôle de la lentille A après polissage MRF centrée autour du pic de diffraction.



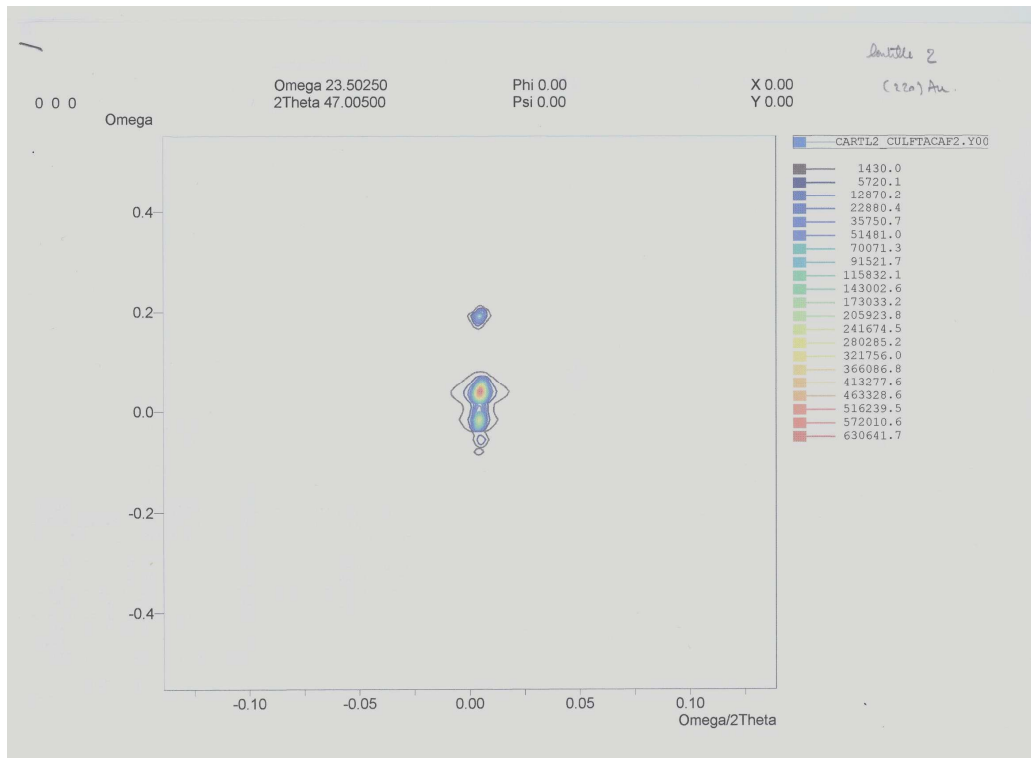


Figure V.5 : figure de pôle de la lentille B après polissage MRF centrée autour du pic de diffraction.

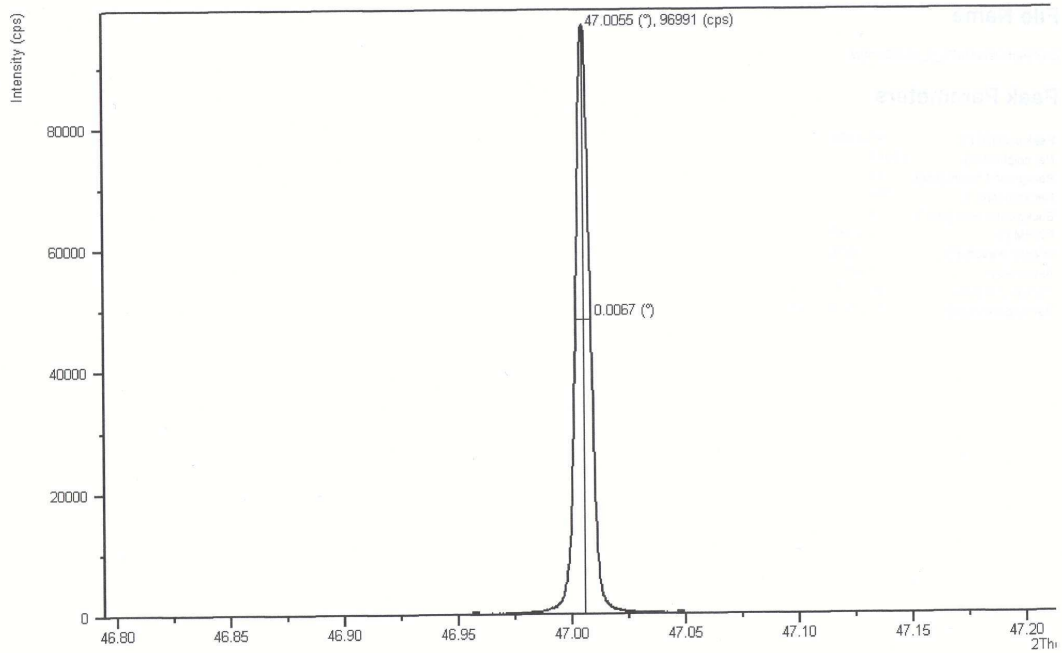
Les valeurs de T sont ensuite extraites à partir de l'équation (Équation IV.7) en fonction de la largeur à mi-hauteur H de la courbe représentative des profils des pôles. La nouvelle relation est alors donnée par la formule (Équation V.22) <sup>[87]</sup> :

$$T = \frac{\lambda}{\cos \theta} \times \frac{1}{\frac{\pi \times H}{180} - 2 \times \tan \theta \times \frac{\delta \lambda}{\lambda}}$$

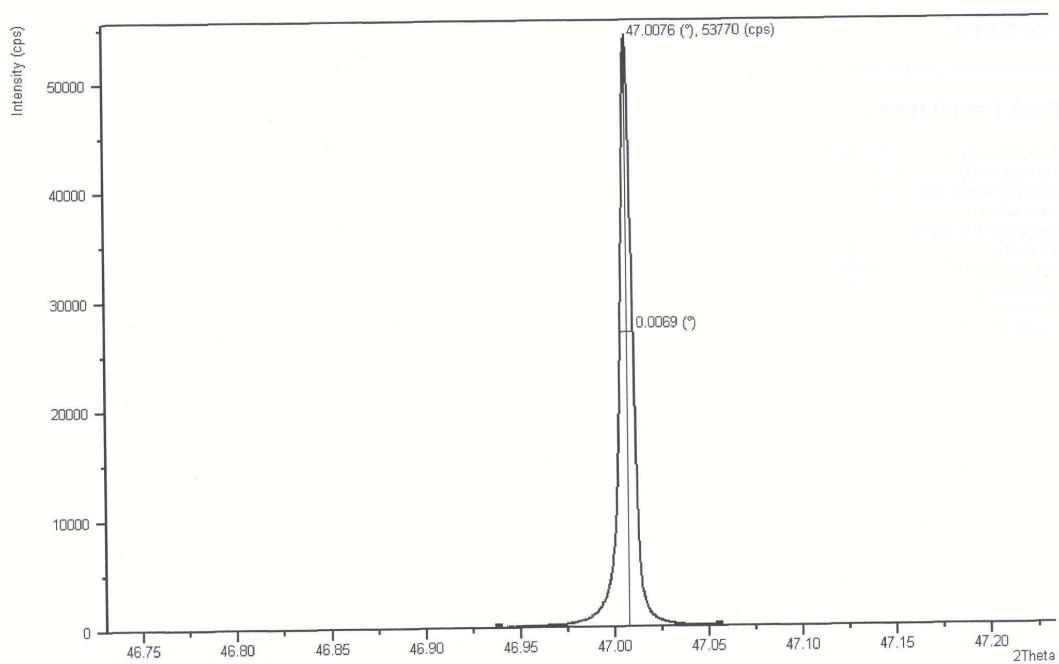
Équation V.22

Bien que cette relation ne tienne pas compte des divers effets instrumentaux, elle donne, malgré tout, une bonne estimation du degré de finition des lentilles avec les nouveaux appareillages de diffraction des rayons X. Le paramètre T va donc être estimé à partir des largeurs à mi-hauteur des pics de diffraction (Graphique V.36 et Graphique V.37) des lentilles A et B à partir des figures de pôles précédentes.

Chapitre V : Analyse microstructurale et comparaison des données expérimentales issues de la seconde campagne d'usinages



Graphique V.36 : estimation de la largeur à mi-hauteur des pics caractéristiques de la lentille A après polissage magnéto-rhéologique.



Graphique V.37 : estimation de la largeur à mi-hauteur des pics caractéristiques de la lentille B après polissage magnéto-rhéologique.

Les résultats des analyses des pics sont consignées dans le tableau suivant (Tableau V.26).

	<b>Largeur à mi-hauteur (en °)</b>	<b>T (en Å)</b>
Lentille A	0.0067	12779.43895
Lentille B	0.0069	13128.03333

Tableau V.26 : estimation du degré de finition (en Å) en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique (220) pour les lentilles polies MRF.

Il apparaît également, au regard de ces résultats, que, conformément à ce qui avait été annoncé précédemment, les valeurs élevées du paramètre T correspondent bien à un degré de finition caractéristique de lentilles de très bonne qualité (*Chapitre V*, §2).

#### 4. Conclusion

A partir des résultats encourageants obtenus aussi par cette nouvelle méthode de caractérisation de lentilles monocristallines en fluorine orientée, il est aisé de remonter aux caractéristiques microstructurales à chaque étape des procédés de fabrication des dioptrés, et ainsi d'analyser avec une grande précision l'impact de ces usinages sur la structure de la lentille.

Il est donc possible, à terme, non seulement de comparer les cycles de réalisation, mais également de les optimiser. Ainsi, afin de compléter le tableau du troisième chapitre (*Tableau III.28*), un nouveau tableau résume les différents moyens de production de lentilles en fluorine ainsi que les possibilités et les risques de telle ou telle méthode de fabrication (*Tableau V.27*).

Pourtant d'autres paramètres peuvent être calculés et peuvent eux aussi être considérés comme des indicateurs de la qualité de l'usinage des lentilles. Ainsi, il est possible de mettre en œuvre, pour le calcul de la microstructure, des méthodes plus complexes d'approximation des courbes représentatives de l'échantillon à partir de différentes fonctions : gaussiennes, lorentziennes, fonction de Voigt <sup>[111]</sup>, <sup>[112]</sup>, pseudo-fonction de Voigt, ou fonction de Pearson type VII <sup>[113]</sup>. Une ébauche de ce travail est consignée en annexe (*Annexe V, §4*) et propose les bases d'une approche plus complète de l'analyse des données expérimentales. De plus, il peut être également intéressant de comparer les résultats obtenus sur les dioptries après polissage avec un fluide magnéto-rhéologique avec ceux obtenus pour les autres lentilles par les mêmes méthodes en mesurant, par exemple, les largeurs à mi-hauteur à partir des différents profils caractéristiques de l'échantillon.



# Conclusion

## 1. Contexte de la thèse

Les termes abordés au cours de cette thèse touchaient des domaines relativement vastes. Il donnait la possibilité d'aborder et de combiner des notions relativement différentes et demandait des connaissances spécifiques dans divers domaines tels que l'étude des matériaux liés à l'optique et leurs techniques de fabrication sur diverses machines, associés à des analyses d'images issues de données mesurées à partir d'appareillages de diffraction des rayons X, illustrant ainsi la parfaite collaboration des domaines physiques et informatiques. A cela s'ajoutent les compétences en traitement d'images à travers la conception et la réalisation d'un logiciel de dépouillement et d'analyse des données issues des appareillages précédemment cités. Le but ultime est la réalisation complète et surtout la caractérisation, de lentilles à dioptre asphérique en fluorine par tournage à l'outil diamant et la possibilité de leur intégration dans un produit fini.

## 2. Résultats

Des premiers essais avaient été préalablement réalisés mais n'avaient pas donné entièrement satisfaction. Le nouveau procédé de fabrication doit être en relation avec le savoir faire de *Thalès-Angénieux*, c'est pour cela qu'il a été conçu au plus proche des besoins de l'entreprise et est basé sur des procédés de fabrication existants, ne nécessitant donc pas de moyens et d'investissements supplémentaires.

Ce processus n'est valable que pour les dioptrés en fluorine et sur certaines matières monocristallines utilisées dans l'entreprise. Des essais réalisés avec différents rayons de pointe des outils diamants ont permis d'ajuster au mieux les paramètres d'usinages et de limiter l'apparition de certains défauts. La phase de polissage magnéto-rhéologique sur la fluorine a nécessité l'utilisation de fluide de polissage particulier contenant des particules de diamant comme abrasif. Cette dernière étape a permis de supprimer définitivement les quelques arrachements présents à la fin des étapes précédentes.

Le processus de réalisation précédent est à rapprocher d'un autre procédé existant basé sur la microrectification et qui comporte quatre phases :

- Une phase de microrectification en régime cassant donne au dioptré sphérique, après ébauche et douci, sa forme asphérique.
- La seconde phase de microrectification en régime ductile affine la forme du dioptré et surtout donne au dioptré une rugosité proche de celle désirée sur la pièce finie.
- Ensuite une troisième phase de polissage souple élimine les défauts d'ondulation générés par la phase précédente. Cependant cette phase a tendance à dégrader fortement la forme du dioptré.
- La dernière phase consiste, là aussi, en une finition magnéto-rhéologique destinée à corriger les déformations de l'étape précédente.

A la fin de ces phases, le dioptré est conforme au cahier des charges d'un zoom *Thalès-Angénieux*. Ce processus a déjà montré de bons résultats bien avant le début de cette thèse. Il reste intéressant pour la fabrication de dioptrés asphériques en verre puisque ces

derniers ne peuvent pas être facilement réalisés par tournage à l'outil diamant. La comparaison avec le premier procédé de fabrication est donc indispensable et permet d'améliorer la qualité des dioptres finis par tournage de manière significative. Cependant, pour la fabrication de lentilles monocristallines, il est à éviter, car la réalisation d'un dioptre asphérique par cette méthode est quasiment deux fois plus longue que celle d'un dioptre sphérique. En outre, ce processus est beaucoup plus coûteux, et aussi plus difficile à mettre en œuvre que celui basé sur le tournage.

Parallèlement, une étude des arrachements par microscopie optique et par l'analyse d'images issues de mesures par diffraction des rayons X a également été réalisée. L'analyse et surtout le traitement des images permettent de quantifier précisément non seulement la taille des arrachements et leur évolution au fil des essais, mais également les effets des différentes méthodes d'usinage sur la qualité de l'extrême surface du dioptre au cours de chacune des étapes de fabrication.

### **3. Conclusion et perspectives**

Nous sommes donc parvenus, à la fin de cette étude, à mettre en place un processus innovant et fiable de fabrication de lentilles asphériques en fluorine orientée. Ce processus basé sur le tournage diamant a donné de très bons résultats similaires à ceux obtenus sur d'autres matériaux ou par d'autres processus. Il permet de réaliser rapidement des lentilles en un nombre d'étapes limité, sans avoir l'inconvénient de réduire le nombre d'interphases. Les analyses menées en parallèle ont permis d'isoler, de localiser puis de réduire les défauts inhérents à la matière afin d'obtenir des dioptres de grande qualité pouvant être intégrés dans des systèmes optiques complexes.

L'analyse cristallographique effectuée au cours des cycles de fabrication des lentilles a permis de suivre l'évolution des paramètres microstructuraux caractérisant la qualité des



## Conclusion

dioptrés usinés. En outre, les méthodes de calculs développées ont permis d'estimer avec précision leur degré de finition.

Une étude plus poussée des profils de pôles, en utilisant par exemple les mesures de largeurs à mi-hauteur dans une représentation des caractéristiques de l'échantillon au moyen de courbes gaussiennes, lorentziennes, de Voigt, ... donnerait de nouvelles approximations du degré de finition des lentilles. D'autant, que les besoins industriels, en terme de qualité et d'état de surface des dioptrés fabriqués en fluorine, sont de plus en plus complexes à réaliser : les « steppers » destinés à la fabrication de puces électroniques utilisent des longueurs d'ondes de l'ordre de 157 nm. La précision requise pour de tels composants optiques nécessite de maîtriser totalement la forme et la rugosité lors des usinages. Ainsi, une suite à cette thèse est envisagée, dont le but est de mettre en évidence le rôle déterminant des paramètres d'usinages, et de quantifier leur influence sur la taille des arrachements.

## Références bibliographiques

- [1] Andreas Bielke, Klaus Beckstette, Christoph K. Publer, Holger Lasser, Brid Mullany, Michael Pollmann, Hexin Wang, « Fabrication of aspheric optics – process challenges arising from a wide range of customer demands and diversity of machine technologies », Optical Fabrication Testing and metrology, Proceedings of SPIE Vol. 5252 (2003), 1-12.
- [2]
- [3]
- [4]
- [5]
- [6]
- [7] Fiches n°35-0816 et n°87-0971 du Joint Committee for Powder Diffraction Studies (JCPDS) de la fluorine, International Centre for Diffraction Data (2000).
- [8] Konrad Knapp, « In Search of Calcium fluoride », Photonics Spectra (2003), 58-60.
- [9] Rebecca S. Retherford, Robert Sabia, Vincent P. Sokira, « Effet of surface quality on transmission performance for (111) CaF<sub>2</sub> », Applied Surface Science 183 (2001), 264-269.

## Références bibliographiques

- [10] Konrad Knapp, Ewald Moersen, « CaF<sub>2</sub> for 157 nm Lithography », SEMATECH 157nm Technical Data Review, Schott Lithotec AG (2001).
- [11] Z. Zhong, « Partial-ductile grinding, lapping and polishing of aspherical surfaces on glass », materials and manufacturing Process, Vol. 12 (1997).
- [12] John C. Lambropoulos, Stephen D. Jacobs and Jeff Ruckman, « Material removal mechanisms from grinding to polishing », Finishing of Advanced Ceramics and Glasses, Indianapolis, Indiana, USA (1999), 113-128.
- [13] Stéphane Di Luzio, Henry Gagnaire, Philippe Revel, Bernard Feraud, Christian Tirvaudey, « An industrial process of aspherical lens surfaces manufacturing », Optical Fabrication, Testing and Metrology, proceedings of SPIE Vol. 5252 (2003), 496-507.
- [14] Manuel d'utilisation de la Nanoform 600 de Precitech, 1997.
- [15]
- [16] M. Law, J. Bender, C. K. Carniglia, H. E. Bennett, A. H. Guenther, D. Milam, B. E. Newnam, « Characterization of Calcium Fluoride Optical surfaces », NIST special publication 752, Symposium on optical materials for high power lasers (1988).
- [17] D. F. Edwards and P. P. Hed, « Optical glass fabrication technology. 2. Relationship between surface roughness and subsurface damage », Applied Optics 26 (1987), 4677-4680.
- [18] Stéphane Di Luzio, « Réalisation de dioptries asphériques de grande précision pour des applications dans le domaine visible », thèse de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne et de la société Thalès-Angénieux à Saint Héand (2004).
- [19]
- [20]

## Références bibliographiques

- [21] John C. Lambropoulos, Su Xu, Tong Fang and Donald Golini, « Twyman effect mechanics in grinding and microgrinding », Optical Society of America, Journal of Applied Optics, vol. 35, n°28 (1996), 5704-5713.
- [22]
- [23] Michael T. Tuell, James H. Burge, Bill Anderson, « Aspheric optics : smoothing the ripples with semi-flexible tools », Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers, Opt. Eng. Vol. 41(7) (2002), 1473-1474.
- [24] Ashley M. H. Pun, Norman S. W. Chan, Derek C. H. Louie and L. M. Li, « Integration of magneto-rheological-finishing (MRF) technology for ultra-precision optical manufacturing », Optifab 2003, Technical Digest of SPIE Vol. TD02, (2003), 60-64.
- [25] S. D. Jacobs, D. Golini, Y. Hsu, B. E. Puchebner, D. Strafford, Wm. I. Kordonsky, I. V. Prokhorov, E. Fess, D. Pietrowski, V. W. Kordonsky, « Magnetorheological Finishing : Toward Cylinders, Toroids and Aspheric Optics », proceedings of the 8th International Precision Engineering Seminar, International Progress in Precision Engineering, (1995), 371-374.
- [26] Don Golini, Paul Dumas, William Kordonski, Stephen Hogan, « Precision optics fabrication using magnetorheological finishing », American Society for Precision Engineering (1998), 597.
- [27] William Kordonski, QED 1st annual MRF User's Group Meeting, (2002).
- [28] Edward Fess, « MRF Produces Precision Optics from a Microground Surface », Information Brief of center for Optics manufacturing, University of Rochester (2002).
- [29] « Understanding the Mechanism of Glass removal in Magnetorheological Finishing (MRF) », LLE Review, Volume 83, 157-172.

## Références bibliographiques

- [30] Aric Shorey, Sergei Gorodkin and William Kordonski, « Effect of Process parameters on Surface morphology in MRF », Optifab 2003, Technical Digest of SPIE Vol. TD02, (2003), 69-71.
- [31] Manuel d'utilisation de la machine Q22 de QED Technologies.
- [32] Jessica E. DeGroot, Stephen D. Jacobs, John M. Schoen, Henry J. Romanofsky and Irina A. Kozhinova, « Magnetorheological finishing of a diamond turned poly(methylmethacrylate) flat », Optifab 2003, Technical Digest of SPIE Vol. TD02 (2003), 65-68.
- [33] « Polishing PMMA and Other Optical Polymers with magnetorheological Finishing », LLE Review Volume 96, 239-249.
- [34] « Development of new Magnetorheological Fluids for Polishing CaF<sub>2</sub> and KDP », LLE review, Volume 80, 213-219.
- [35] Don Golini, Mike DeMarco, William Kordonski and John Bruning, « MRF polishes calcium fluoride to high quality », Laser Focus world (2001).
- [36] Joseph A. Randi, John C. Lambropoulos and Stephen D. Jacobs, « Subsurface damage in some single crystalline optical materials », Applied Optics Vol. 44 n°12 (2005), 2241-2249.
- [37] Joseph A. Randi, J. C. Lambropoulos, S. D. Jacobs, Shai N. Shafrir, « Determination of subsurface damage in single crystalline optical materials », Optifab 2003, Technical Digest of SPIE Vol. TD02 (2003), 84-86.
- [38] J. A. Menapace, P. J. Davis, W. A. Steele, L. L. Wong, T. I. Suratwala, P. E. Miller, « MRF Applications: Measurement of Process-dependent Subsurface Damage in Optical Materials using the MRF Wedge Technique », LLNL, Boulder Damage Symposium (2005).

## Références bibliographiques

- [39] Jian Shen, Shouhua Liu, Kui Yi, Hongbo He, Jianda Shao, Zhengxiu Fan, « Subsurface Damage in Optical Substrates », *Optik* 116 (2005), 288-294.
- [40] Oliver W. Föhnle, Hedser van Brug, « Novel approaches to generate aspherical optical surfaces », *Processing of SPIE, Conference on Optical Manufacturing and Testing III*, vol. 3782, (1999), 170-180.
- [41] Jue Wang, Robert L. Maier, « Novel Quasi-Brewster angle technique for evaluating the quality of optical », *Processing of SPIE, Metrology, Inspection, and Process Control for Microlithography XVIII*, vol. 5375, (2004), 1286-1294.
- [42] X. D. Liu, L. C. Lee, X. Ding and F. Z. Fang, « Ultraprecision Turning of aspherical Profiles with Deep Sag », *IEEE ICIT'02, Bangkok, Thailand* (2002), 1152-1157.
- [43] Jiwang Yan, Jun'Ichi Tamaki and Akihiko Kubo, « Ultra-precision diamond turning of optical crystals for advanced infrared optical components », *Optifab 2003, Technical Digest of SPIE Vol. TD02*, (2003), 173-175.
- [44]
- [45] « Detailed Sample Cutting Report for Calcium Fluoride », *Nanotechnology Systems, Mars 2000*.
- [46] Jiwang Yan, Katsuo Syoji, Tsunemoto Kuriyagawa, Kenji Tanaka and Hirofumi Suzuki, « Diamond Turning of CaF<sub>2</sub> for Nanometric Surface », *American Society for Precision Engineering proceedings 22* (2000), 66-69.
- [47] Qingliang Zhao, Shen Dong, Yingchun Liang, Yi Zhao, « Effects of Diamond Cutting Tool's rake Angle and Edge Radius on the Diamond Turned Surface Quality », *Optical Manufacturing and Testing IV, Proceedings of SPIE Vol. 4451* (2001), 200-208.

## Références bibliographiques

- [48] P. Coussot, « Métrologie des systèmes optiques », Ecole d'Eté Systèmes Optiques, 187-221.
- [49] Richard Plympton, « Radius Tolerancing », Optifab 2003, Technical Digest of SPIE Vol. TD02 (2003), 113-115.
- [50] H. Dagnall M. A., « Exploring surface Texture », Rank Taylor Hobson Ltd.
- [51] J. C. Lambropoulos, S. Arrasmith, S. D. Jacobs, D. Golini, « Manufacturing-induced residual stresses in optical glasses and crystals: example of residual stress relief by magnetorheological finishing (MRF) in commercial silicon wafers », Optical Manufacturing and Testing IV, Proceedings SPIE Vol. 4451 (2001), 181-190.
- [52] S. R. Arrasmith, S. D. Jacobs, J. C. Lambropoulos, A. Maltsev, D. Golini, W. I. Kordonski and E. E. Cleaveland, « The use of magnetorheological finishing (MRF) to relieve residual stress and subsurface damage on lapped semiconductor silicon wafers », Optical Manufacturing and Testing IV, Proceedings SPIE Vol. 4451 (2001), 286-294.
- [53] Angela Duparré, Igor Kozhevnikov, Stefan Gliech, Jörg Steinert, Gunther Notni, « Surface characterization of optical components for the DUV, VUV and EUV » , Microelectronic Engineering 57-58 (2001), 65-70.
- [54] C. Ruppe, A. Duparré, « Roughness analysis of optical films and substrates by atomic force microscopy », Thin Solid Films Vol. 288 (1996), 8-13.
- [55]
- [56] Manuel d'utilisation du microscope à force atomique Explorer de la société Thermomicroscopes.

## Références bibliographiques

- [57] V. Scherer, U. Rabe, R. Fechner, W. Arnold, « measurement of Microtopography and Subsurface Properties of micromachined Surfaces Employing Atomic Force Microscopy and Near-Fields Acoustic Microscopy », proceedings of the 8th International Precision Engineering Seminar, International Progress in Precision Engineering, (1995), 165-169.
- [58] V. Scherer, U. Rabe, R. Fechner, A. Schindler, O. Riemer, W. Preuß, E. Brinksmeier, W. Arnold, « Characterization of Micromashed surfaces by Atomic force Microscopy », ASPE Annual Meeting 10/94 (1994), 167.
- [59] Manuel d'utilisation de l'interféromètre Wyko RTI 6100 de la société Veeco.
- [60] Y. Surrel. « Cours de Métrologie optique par décalage de phase : mesures de formes, de champs de déplacements et de déformations », Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne (1999-2000).
- [61] U. Birnbaum, O. R. Falkenstörfer, Th. Herrmann, S. Köhler, H. Lauth, J. Röder, R. Schreiner, « It's the subtleties that make the difference », Optical Fabrication, Testing and Metrology, proceedings of SPIE Vol. 5252 (2003), 13-16.
- [62] K. Lewotsky, « Holographic null correctors simplify asphere testing », Laser Focus World (1995).
- [63] Manuel d'utilisation du rugosimètre optique New View 5020 de la société Zygo.
- [64] S. Rimbart, « Utilisation d'un rugosimètre optique et réalisation d'une lentille asphérique », mémoire de D.E.S.S. de nanotechnologie de l'Université Claude Bernard de Lyon (2001).
- [65]



## Références bibliographiques

- [66] Yves Surrel, « Images optiques; mesures 2D et 3D », cours du Conservatoire National des Arts et Métiers, (2002-2003).
- [67] E. Durand, J. M. Bacchus, « Phase detection deflectometry : an industrial solution for three dimensional forme measurement of aspheric and spheric surfaces », Ets Pierre Angénieux.
- [68] M. J. Downs, « Nanometric measurement by optical interferometry », proceedings of the 8th International Precision Engineering Seminar, International Progress in Precision Engineering, (1995), 97-98.
- [69] Seung-Woo Kim, In-Chul Chang, Dong-Sik Kim, Tae-Ho Kim, Seung-Bong Yoo, « Very large Scale Phase Measuring Interferometry for profile Measurement of Aspheric Surfaces with Nanometer Accuracy », Pacific Rim'99 (1999), 70-71.
- [70] R. Y. Fillit, « Caractérisations microstructurales des couches minces par rayons X : analyses des matériaux par diffraction des rayons X », Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne (2000).
- [71] R. Y. Fillit, « X-ray and infrared characterizations. Microstructure and stress analyses », cours de DEA de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne (2006).
- [72] V. E. Asadchikov, A. Duparré, S. Jakobs, A. Yu. Karabekov, I. V. Kozhevnikov, « Comparative study of the roughness of optical surfaces and thin film by X-ray scattering and atomic force microscopy », Applied Optics 38 (1999), 684-691.
- [73] A. Kelly, G. W. Groves, « Crystallography and Crystal Defects », Longman Group Limited (1970), 400-401.
- [74] François Abel, « Microanalyse nucléaire », Collection de la Société Française d'Optique, Cristaux massifs et en couches minces pour l'optique. 8. Elaboration et caractérisation, EDP Sciences (2005), 173-194.

## Références bibliographiques

- [75] André Authier, « Radiocristallographie », Techniques de l'Ingénieur, A 242.
- [76] Norbert Broll, « Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X », Techniques de l'Ingénieur, PE 1080.
- [77] R. Y. Fillit, F. Duchemin, J. M. Becker, « Nouvelle méthode de quantification des orientations cristallines par figures de pôles haute résolution et ultra-rapides », Journal de Physique VI, Colloque C4, supplément au Journal de Physique III, Volume 6 (1996), 297-306.
- [78] K. J. Kozaczek, D. S. Kurtz, « Quantitative texture analysis of blanket films and interconnects », Workshop on Texture in Electronics Applications, NIST (2000).
- [79] Raymond Hocart, « Les cristaux », Presses Universitaires de France n°1296, (1968).
- [80] E. Flint, « principes de cristallographie », Mir (1968).
- [81] René Guinebretière, « Diffraction des rayons X sur échantillons polycristallins », Hermes Science (2002), « 35-37, 251-252, 153-177, 94-95.
- [82] Patrick Lambert, « Prétraitements des images couleur », Ecole d'été – Images couleurs, Saint-Etienne (1999).
- [83] Pierre Soille, « Morphological Image Analysis : Principles and Applications », Springer (2003), 241-263.
- [84] J. Serra, « Filtrage Morphologique », Cours de Morphologie, Ecole des Mines de Paris (2000).
- [85] Jean Serra, « Image Analysis and Mathematical Morphology, Volume 2 : Theoretical Advances », Academic press limited (1988).

## Références bibliographiques

- [86] Pierre-André Zitt, « Modélisation de textures : techniques du minimax sur l'entropie », mémoire de magistère (2003), 4-7.
- [87] Robert W. Cheary and Alan Coelho, « A Fundamental Parameters Approach to X-ray Line-Profile Fitting », *J. Appl. Cryst.* 25 (1992), 109-121.
- [88] Robert W. Cheary and Alan Coelho, « Synthesizing and Fitting linear Position-sensitive Detector Step-Scanned Line Profiles », *Journal of Applied Crystallography* Vol. 27 (1994), 673-681.
- [89] A. J. C. Wilson, « Théorie mathématique de la diffractométrie des poudres aux rayons X », *Bibliothèque technique Philips* (1964), 68, 69.
- [90] Harold. P. Klug and Leroy. E. Alexander, « X-ray diffraction Procedures », 2nd edition, New-York, Wiley-Interscience (1974), 290-306, 162-163, 167, 148-152.
- [91] R. Jenkins and J. L. de Vries, « An Introduction to X-ray Powder Diffractometry », Copyright N. V. Philips Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, Holland, 14, 13, 12.
- [92] A. Guinier, « Théorie et Technique de la Radiocristallographie » (1956), 20-21, 28-32, 92-97, 115-116, 242-243, 696-699, 705-708, 148-152, 32-35, 509-513, 111-115.
- [93] B. D. Cullity, « Elements of X-ray Diffraction », Addison-Wesley publishing Company, Inc. (1958), 108-111, 10-11, 124-128, 466-468, 478-479, 130-131, 116-117.
- [94] R. W. James, « The optical principles of the diffraction of X-rays », G. Bell and Sons limited (1967), 93-134, 135-161, 608-610.
- [95] « International Tables for X-ray Crystallography, Volume IV, Revised and Supplementary Tables to Volumes II and III » (1974), 71-101,47-66.

## Références bibliographiques

- [96] « International Tables for X-ray Crystallography, Volume I, Symmetry Groups » (1952), 353, 525.
- [97] T. Ida and K. Kimura, « Flat-specimen effect as a convolution in powder diffractometry with Breng-Brentano geometry », *Journal of Applied Crystallography* Vol. 32 (1999), 634-640.
- [98] « International Tables for X-ray Crystallography, Volume II, Mathematical Tables » (1959), 237, 148-150, 241.
- [99] « International Tables for X-ray Crystallography, Volume III, Physical and Chemical Tables » (1962), 201-216, 233.
- [100] Yves Jeannin, « Détermination de structure cristalline par rayons X : méthodes numériques », *Techniques de l'ingénieur, traité analyse et caractérisation*, P 1076.
- [101] Yves Jeannin, « Résolution d'une structure cristalline par rayons X », *Techniques de l'ingénieur, traité analyse et caractérisation*, P 1075.
- [102] T. Ida and K. Kimura, « effect of sample transparency in powder diffractometry with Breng-Brentano geometry as a convolution », *Journal of Applied Crystallography* Vol. 32 (1999), 982-991.
- [103] R. W. Cheary and A. A. Coelho, « Axial Divergence in a Conventiounal X-ray powder Diffractometer. I. Theoretical Foundations », *Journal of Applied Crystallography* Vol. 31 (1998), 851-861.
- [104] R. W. Cheary and A. A. Coelho, « Axial Divergence in a Conventiounal X-ray powder Diffractometer. II. Realization and Evaluation in a Fundamental-Parameter profile Fitting Procedure », *Journal of Applied Crystallography* Vol. 31 (1998), 862-868.

## Références bibliographiques

- [105] Monica Ceretti, « Apport de la diffraction des neutrons à l'analyse des contraintes internes », Habilitation à diriger des recherches, Université de Paris-Sud, Centre d'Orsay (2004), 7-17.
- [106] D. Louër, « Microstructure et profil des raies de diffraction des rayons X », *J. Phys. IV France*, Vol. 103 (2003), 321-337.
- [107] T. Ida, H. Toraya, « Deconvolution of the instrumental functions in powder X-ray diffractometry », *Journal of Applied Crystallography* Vol. 35 (2002), 58-68.
- [108] R. W. Cheary, A. A. Coelho and J. P. Cline, « Fundamental Parameters Line Profile Fitting in Laboratory Diffractometers », *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology* Vol. 109, number 1 (2004), 1-25.
- [109] R. Y. Fillit, A. J. Perry, C. Strandberg, *Thin Solid Films* Vol. 197 (1991), 47-55.
- [110] R. Y. Fillit, A. J. Perry, « Residual stress and X-ray elastic constants in highly textured physically vapor deposited coatings », *Surface and Coatings Technology* Vol. 36, Issue 3-4 (1988), 647-659.
- [111] Th. H. de Keuser, J. I. Langford, E. J. Mittemeijer and A. B. P. Vogels, « Use of the Voigt Function in a Single-Line Method for the Analysis of X-ray Diffraction Line Broadening », *J. Appl. Cryst.* Vol. 15 (1982), 308-314.
- [112] J. I. Langford, « A Rapid Method for Analysing the Breaths of Diffraction and Spectral Lines using the Voigt Function », *J. Appl. Cryst.* Vol. 11 (1978), 10-14.
- [113] M. M. Hall, « The Approximation of Symmetric X-Ray Peaks by Pearson Type VII Distributions », *J. Appl. Cryst.* Vol. 10 (1977), 66.

## **Annexe I**







































































## Annexe II

### 1. Mesures par contact

#### 1.1. Mesures linéiques avec du profilomètre mécanique *Form Talysurf Series 2*

Le *Form Talysurf Series 2* <sup>[55]</sup> (*Figure AII.1*) de la société *Taylor Hobson* est le profilomètre utilisé chez *Thalès-Angénieux* qui permet d'effectuer des mesures de forme et de rugosité sur des dioptries au cours de leur réalisation, à l'exception des dioptries polis.

La mesure est réalisée le long d'une ligne. Le résultat est une courbe en deux dimensions  $z(x)$  (*Figure AII.2*).

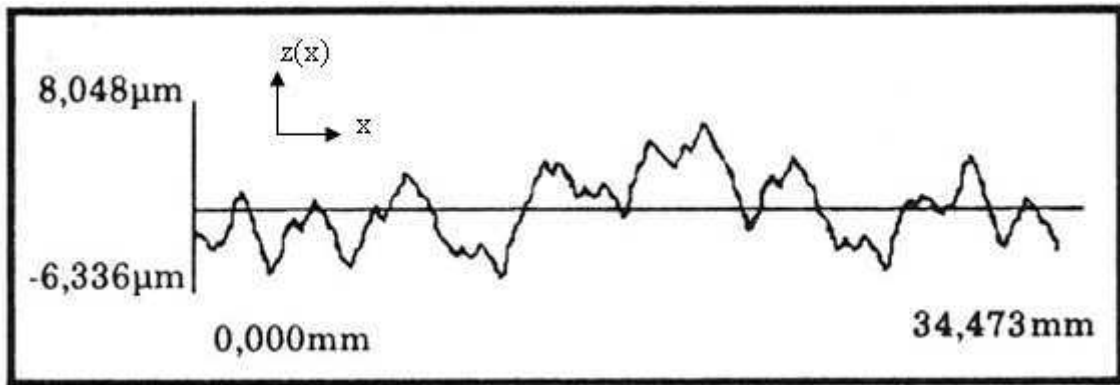


Figure AII.2 : courbe représentative d'une mesure de forme en 2 dimensions au profilomètre mécanique.

La mesure à l'aide d'un profilomètre se fait en déplaçant un stylet sur la surface à mesurer. Une des coordonnées de cette courbe  $z(x)$  est donnée par le déplacement du stylet engendré par le moteur de l'appareil sur l'axe des  $x$  (Figure AII.3) ; l'autre coordonnée est la position du palpeur perpendiculairement à l'axe des  $x$ .

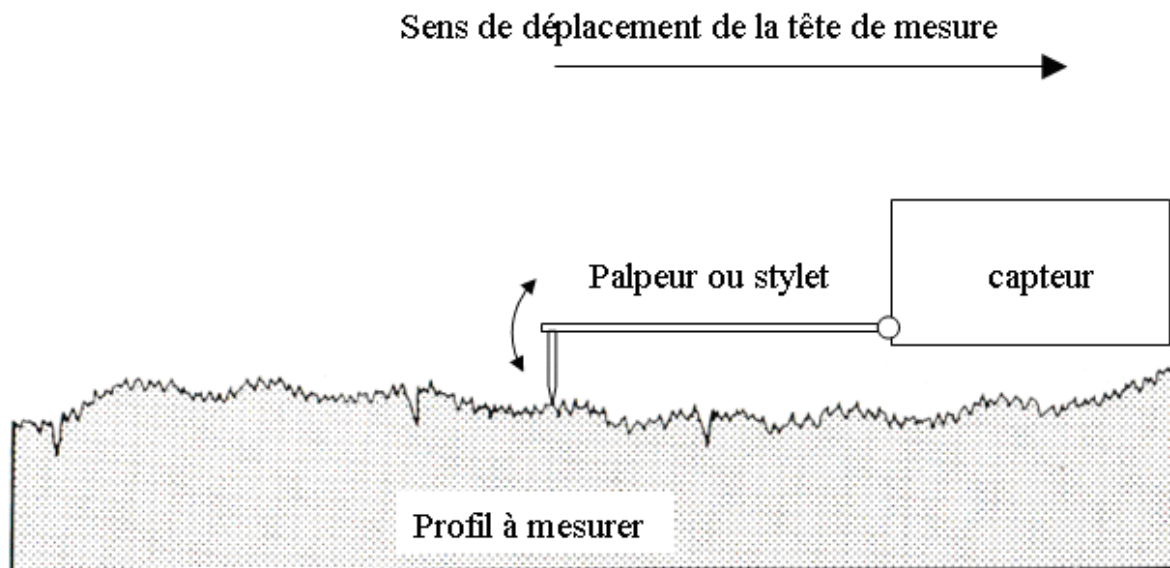
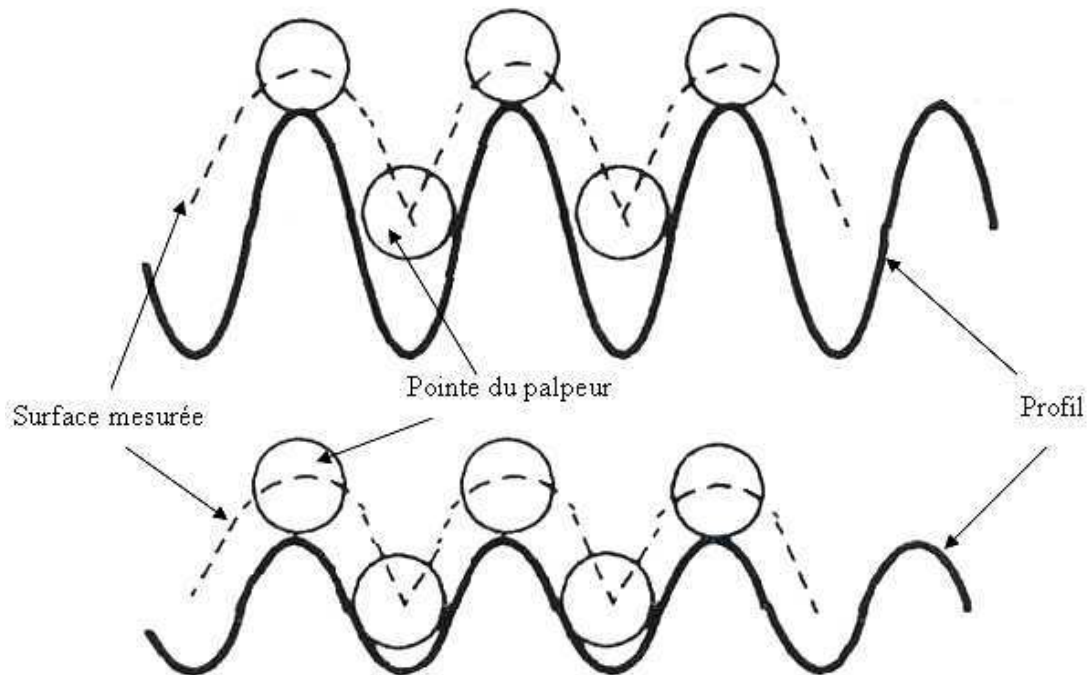


Figure AII.3 : principe de déplacement du stylet sur un profil.

La mesure de ce déplacement peut être faite par différentes techniques : soit par l'induction créée dans une bobine se déplaçant dans un champ magnétique, soit par la déviation d'un rayon laser qui se réfléchit sur un miroir solidaire du palpeur. Le capteur équipant cet appareil utilise un faisceau laser He-Ne pour suivre le mouvement du palpeur. Celui-ci est lié au reste de l'appareil au moyen d'un pivot. Un prisme est solidaire du palpeur au niveau de cette liaison. Un faisceau laser est envoyé sur ce prisme. La rotation du palpeur lorsqu'il suit le profil de la surface entraîne la déviation du faisceau laser réfléchi. En évaluant cette déviation, il est possible de déterminer la forme de la surface mesurée.

Les mesures données par cette méthode sont fortement influencées par la géométrie du palpeur. En effet, en fonction de sa forme et de ses dimensions, le palpeur suivra plus ou moins bien le profil de la surface : la forme de la pointe du stylet rend cette dernière plus ou moins capable d'être en contact avec le profil. Autrement dit, certains « creux » du profil peuvent ne pas être atteints. Lorsque le rayon de la pointe du stylet est petit par rapport à la courbure de la surface, le mouvement du stylet suit précisément les contours de la surface (*Figure AII.4*), mais lorsque la courbure de la surface augmente, le stylet a tendance à passer par-dessus toute dépression de faible rayon, réduisant ainsi sa sensibilité aux composants de haute fréquence. Cette diminution, cependant, ne dépend pas simplement de la fréquence des défauts, elle est affectée à la fois par leurs hauteurs et leurs espacements. La mesure peut également être faussée par le contact entre les côtés de la pointe du stylet ou le stylet lui-même et la surface dans le cas de pentes importantes et prolongées.



*Figure AII.4 : contact entre la pointe sphérique du palpeur et le profil. Toutes les zones ne peuvent pas être atteintes par la pointe du stylet.*

Il est nécessaire de choisir le palpeur en fonction du type de mesures à effectuer. Par exemple, le palpeur dont la pointe est une bille ne peut pas être utilisé pour faire des mesures de rugosité. En revanche, il permet de faire des mesures de forme tout à fait satisfaisantes. Il existe deux types de palpeur standard :



- Un palpeur à pointe diamant de forme conique avec une longueur de manche utile de 60 mm, le rayon de pointe est de 2  $\mu\text{m}$  et le demi-angle au sommet du cône est de 45 ou 30°.
- Un palpeur à bille de saphir dont la longueur de manche utile est de 120 mm et le rayon de la bille est de 0.5mm.

Les paramètres caractéristiques d'une mesure de forme ou de rugosité en deux dimensions sont évalués sur une longueur d'échantillonnage. La longueur d'évaluation peut contenir une ou plusieurs longueurs d'échantillonnage. Pour finir, ajoutons que la longueur de déplacement est normalement supérieure à la longueur d'évaluation. Il est, en effet, nécessaire de ne pas commencer l'acquisition des données immédiatement après le début du déplacement du palpeur et de finir le déplacement après la fin de l'acquisition, pour s'assurer que les phénomènes transitoires mécaniques et électriques sont exclus des mesures.

La dimension de la longueur d'échantillonnage est importante lors des mesures de rugosité. Son choix va influencer sur les valeurs des paramètres et va mettre plus ou moins en exergue certains défauts. Ceci est particulièrement déterminant pour l'évaluation des défauts d'ondulations.

Le déplacement de la tête de lecture (*Figure AII.5*) est limité à 120 mm. La rectitude de ce mouvement est de 0.5  $\mu\text{m}$  sur 120 mm et de 0.25  $\mu\text{m}$  sur tout déplacement de 60 mm. Cet appareil peut mesurer des flèches maximales de 12 mm (amplitude du déplacement vertical du palpeur). Cela signifie que le profil à mesurer doit être compris dans un rectangle de 120 mm de côté sur 12 mm. La résolution verticale du capteur est de 3 nm.

La plage de mesure dépend de la longueur du manche du stylet : un manche de 60 mm donne une portée de 6 mm (flèche maximum mesurable) et un manche de 120 mm permet une portée de 12 mm. Il est possible avec cet appareil d'utiliser un nombre maximum de points de données égal à 120000 pour une mesure de 120 mm. L'enregistrement des données s'effectue à des intervalles de 0.25  $\mu\text{m}$  pour des longueurs de mesure inférieures à 30 mm et à des intervalles de 1  $\mu\text{m}$  pour des déplacements de 30 mm ou davantage. Cependant, si tous les points de mesure sont exploités, les temps de calcul peuvent être très longs. Un nombre de 2000 à 4000 points de mesure est en général plus que suffisant pour la plupart des surfaces. Toutes les mesures au *Form Talysurf* présentées ont été élaborées à partir de 4000 points maximum.

L'incertitude de la mesure dépend du palpeur utilisé. La précision la plus fine qu'il est possible d'obtenir avec cet appareil est de 0.15  $\mu\text{m}$  sur la valeur de  $R_t$  (en forme). L'obtention de cette précision nécessite l'emploi d'un palpeur de 60 mm. Le palpeur capable de suivre des profils ayant des flèches de 12 mm permet d'avoir une incertitude de mesure de 0.25  $\mu\text{m}$  sur le paramètre  $R_t$ .

Une force de 0.02 N pour le palpeur de 120 mm et de 1 mN par le palpeur de 60 mm est exercée sur la surface mesurée ; ce qui est suffisant pour marquer certains matériaux (tous les polymères, la plupart des métaux et les verres les plus tendres) ; mais pour certaines applications, en particulier pour les lentilles destinées au cinéma, un tel défaut est inacceptable.

Cet appareil peut faire des mesures de rugosité sur des pièces mécaniques ou optiques. Ces mesures ne sont valables qu'avec un palpeur à pointe diamant. Cependant il a une sensibilité limitée à cause des parasites que génère son fonctionnement. Il n'est pas capable d'évaluer l'état de surface sur un profil dont le paramètre de rugosité  $R_a$  est inférieur à 10 nm.

Les profilomètres n'utilisent pas de lignes de références matérielles. Les positions réelles de la pointe du stylet sont enregistrées durant le déplacement. Ensuite, l'exploitation de

ces données est réalisée en fonction de la mesure souhaitée. Pour étudier la forme d'un dioptre, l'équation d'une méridienne théorique de ce dioptre est donnée au logiciel. Celui-ci la soustrait aux positions successives du palpeur, positions qui ont été débarrassées des erreurs engendrées par la forme du palpeur. Ainsi, l'analyse n'indique plus que le défaut du dioptre par rapport à la référence théorique.

Il est par conséquent possible de faire des mesures de dioptres asphériques avec la même précision que celle atteinte sur les mesures de sphères ou de plans lors de l'utilisation d'un profilomètre. Néanmoins, ces mesures sont uniquement en deux dimensions.

Dans le cas d'une mesure linéique, les écarts sont représentés par une courbe  $z(x)$  où l'axe des ordonnées correspond à la normale par rapport à la ligne de référence représentée par l'axe des abscisses.

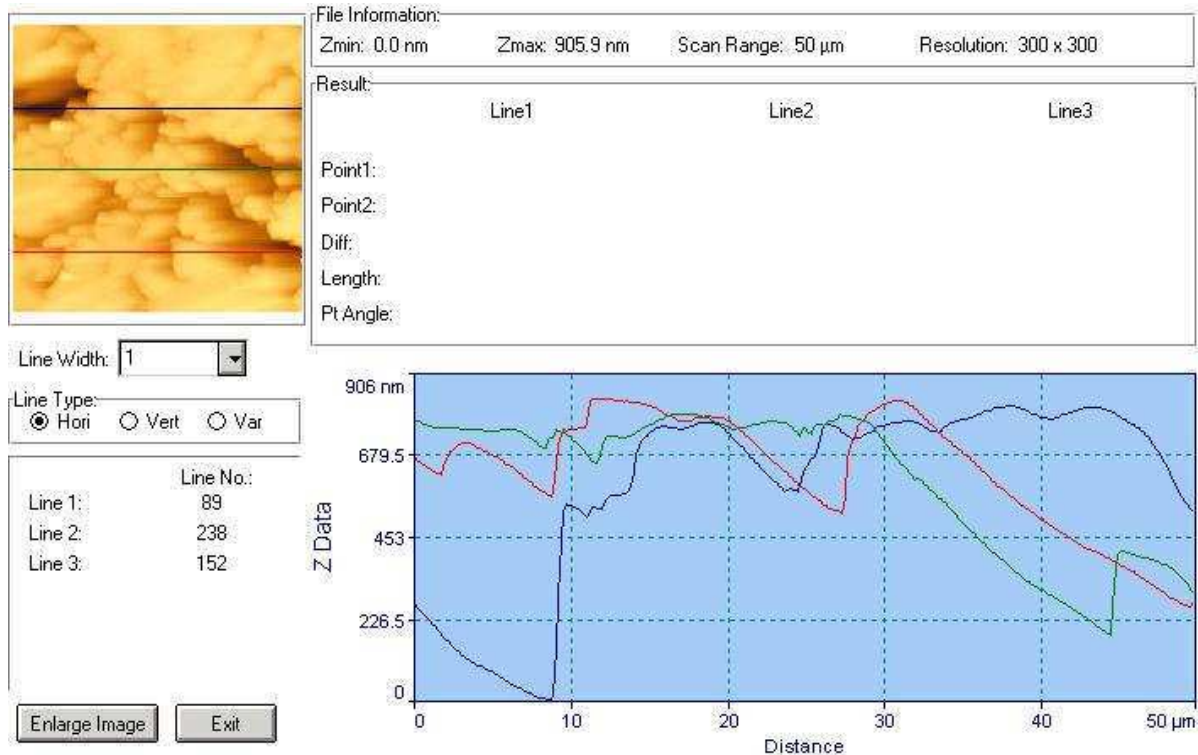
## 1.2. Mesures de rugosité et d'aspect de surface au moyen de l'AFM

Les mesures par microscopie à force atomique (appelées aussi mesures AFM, pour Atomic Force Microscopy), permettent d'étudier sur des échantillons de très faibles dimensions la rugosité <sup>[53]</sup>, <sup>[54]</sup> et l'aspect local <sup>[57]</sup>, <sup>[58]</sup> (*Figure AII.6*). L'appareil utilisé dans le cadre de cette étude est un AFM *Explorer* de la société *Thermomicroscopes*.



*Figure AII.6 : microscope à force atomique Explorer de la société Thermomicroscopes.*

Les mesures réalisées sont en trois dimensions et une fonction  $z(x,y)$  va être calculée en fonction de la position d'une pointe sur la surface à analyser (*Figure AII.7*). Les mesures se font sur des zones de 100  $\mu\text{m}$  au maximum sur l'axe des  $x$  ainsi que sur celui des  $y$ . Sur l'axe des  $z$ , le maximum d'amplitude est de 10  $\mu\text{m}$ . Quant aux résolutions sur ces différents axes, elles sont de 1 nm sur les axes des  $x$  et des  $y$  et de 1 Å sur l'axe des  $z$ .



*Figure AII.7 : exemple de cartographie à partir de mesures AFM d'une zone présentant des défauts locaux*

La pointe de mesure est reliée à un bras de levier. Comme dans le cas du profilomètre optique étudié précédemment, la déviation d'un faisceau laser et un photodétecteur sont utilisés pour mesurer la position de la pointe de mesure.

L'AFM est utilisé en configuration inversée<sup>[56]</sup> c'est-à-dire avec une pointe mobile et un échantillon fixe, et en mode « tapping » traduisant le fait qu'un mouvement de va-et-vient (*Figure AII.8*) est appliqué à la pointe perpendiculairement au plan  $(O,x,y)$ .

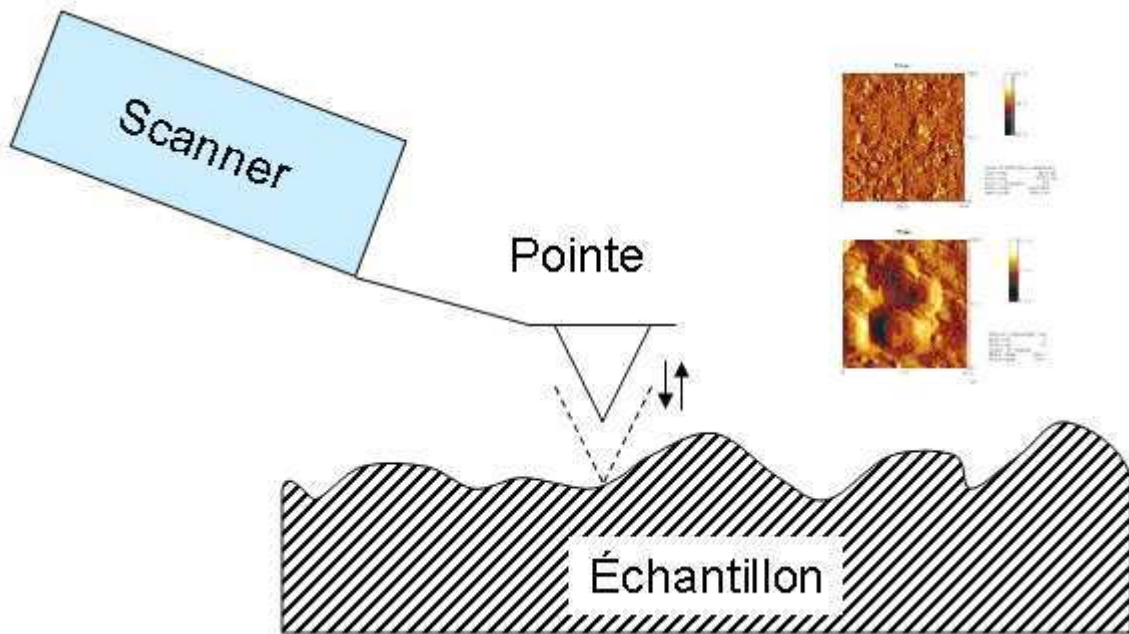


Figure AII.8 : principe des mesures au moyen d'un microscope à force atomique (AFM).

Les forces appliquées à la pointe et au bras de levier sont extrêmement faibles pour ne pas détériorer la surface à analyser ( $6 \cdot 10^{-9}$  Newton pour la force liée à la rigidité du bras de levier et  $2 \cdot 10^{-9}$  Newton pour les forces d'interaction entre une pointe de rayon  $2 \text{ \AA}$  et la surface).

## 2. Mesures interférométriques de surface

### 2.1. Mesures surfaciques de forme avec l'interféromètre *Wyko RTI*

#### *6100*

Le principe des mesures interférométriques est de comparer, en les faisant s'interférer, le front d'onde de deux faisceaux de lumière monochromatique ayant suivi des chemins différents. Un des faisceaux est utilisé comme faisceau de référence. Le deuxième, le faisceau de mesure, est réfléchi par la surface dont on veut étudier la forme ou les mouvements.



Figure AII.9 : interféromètre Wyko RTI 6100 de Veeco<sup>[59]</sup> à décalage de phase lors d'une mesure en teinte plate.

L'instrument de mesure *Wyko RTI 6100* de la société *Veeco* (Figure AII.9) est un interféromètre de type Fizeau à décalage de phase (PSI : Phase Shift Interferometer)<sup>[60]</sup>. La source lumineuse est un laser He-Ne de longueur d'onde 633 nm. Cet appareil possède une ouverture de diamètre 152.4 mm (6 pouces). Cela signifie qu'il est possible d'utiliser des sphères de référence (ou objectifs de référence) d'un diamètre de 6 pouces. Cependant, des sphères de référence de 4 pouces (101.6 mm) avec un adaptateur sont montées sur cet interféromètre car ce diamètre est suffisant pour les applications auxquelles il est destiné. Les surfaces de référence ont un défaut de forme garanti inférieur à  $\lambda/10$  en PV (60 nm).

Il est également possible de faire des mesures en transmission. Dans ce cas, le faisceau de mesure traverse deux fois la lentille ou le système optique étudié (grâce à une réflexion sur un miroir plan) avant de revenir interférer avec le faisceau de référence. Seules les mesures en réflexion seront abordées dans ce chapitre.

Les interféromètres utilisés chez *Thalès-Angénieux* sont du type Fizeau. Le principe de fonctionnement d'un interféromètre de type Fizeau est le suivant (Figure AII.10) : une source monochromatique est placée devant une ouverture très petite afin de simuler une source ponctuelle. Cette source se trouve au foyer-objet d'une lentille ou d'un objectif de microscope

(système collimateur). A la sortie de ce système optique, le faisceau est parallèle. Ensuite ce faisceau rencontre un objectif de mesure.

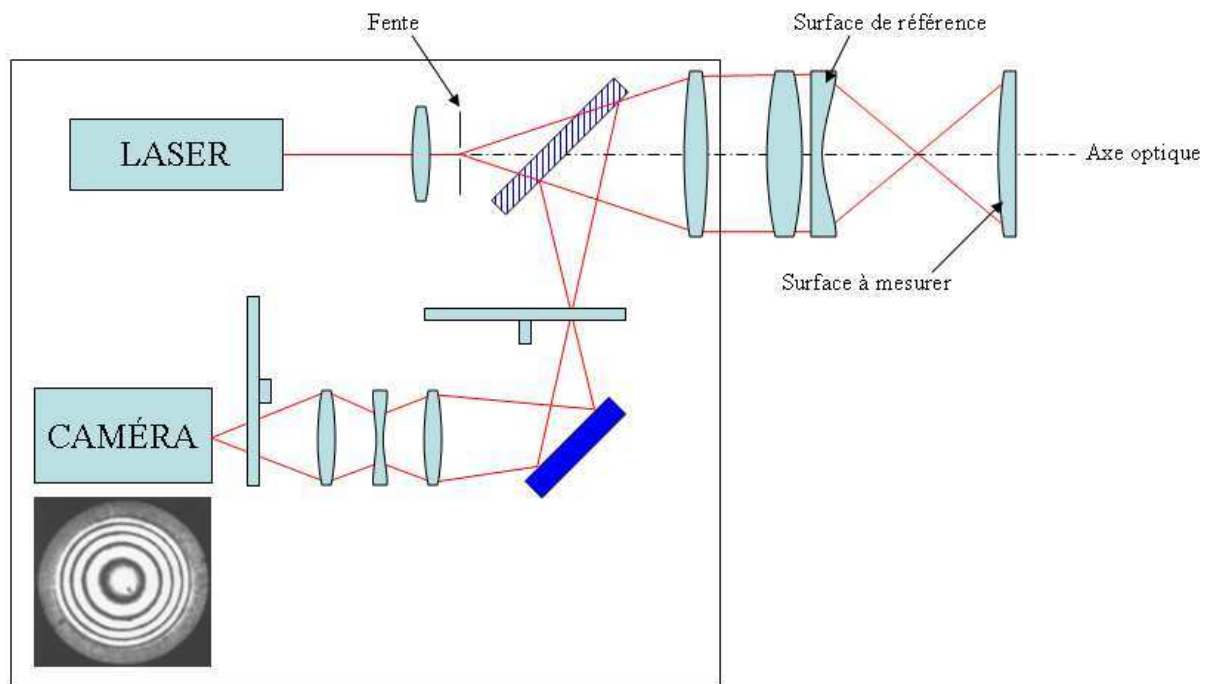


Figure AII.10 : principe de fonctionnement de l'interféromètre à décalage de phase.

Cet objectif est adapté à la mesure qui doit être faite. Tous les dioptries de l'appareil de mesure ont un très fort taux de transmission de la lumière (traitement antireflet), sauf le dioptrie de sortie de l'objectif de mesure. Ce dernier dioptrie sépare le faisceau incident en deux :

- Une partie du faisceau incident est transmise : elle devient le faisceau de mesure. Ce faisceau va se réfléchir entièrement ou en partie sur la surface à mesurer, puis va revenir sur l'interféromètre.
- Une partie du faisceau incident est réfléchi, ce qui forme le faisceau de référence.

Lorsque le faisceau de mesure est revenu au niveau de l'appareil, il interfère avec le faisceau de référence. Le front d'onde du faisceau de mesure, avant qu'il ne soit réfléchi par la surface étudiée, est parfaitement identique à celui du faisceau de référence. La forme de ce front d'onde est due à la forme du dernier dioptrie de l'objectif qui est le dioptrie de référence. Après sa réflexion sur la surface étudiée, le front d'onde du faisceau de mesure a été modifié par les défauts éventuels de cette surface, ce qui crée la différence de marche entre les deux

faisceaux et c'est cette différence qui sera interprétée comme étant le défaut de forme de la surface étudiée.

Ainsi, la forme de la surface mesurée est comparée à la forme du dioptre de référence par l'intermédiaire des fronts d'ondes qu'ils génèrent. Il est donc nécessaire que la forme du dioptre de référence soit la plus parfaite possible. De la qualité de ce dioptre dépend la précision de la mesure. Ce dioptre génère une erreur systématique qu'il est possible d'ôter lors de mesures particulières (mesures absolues).

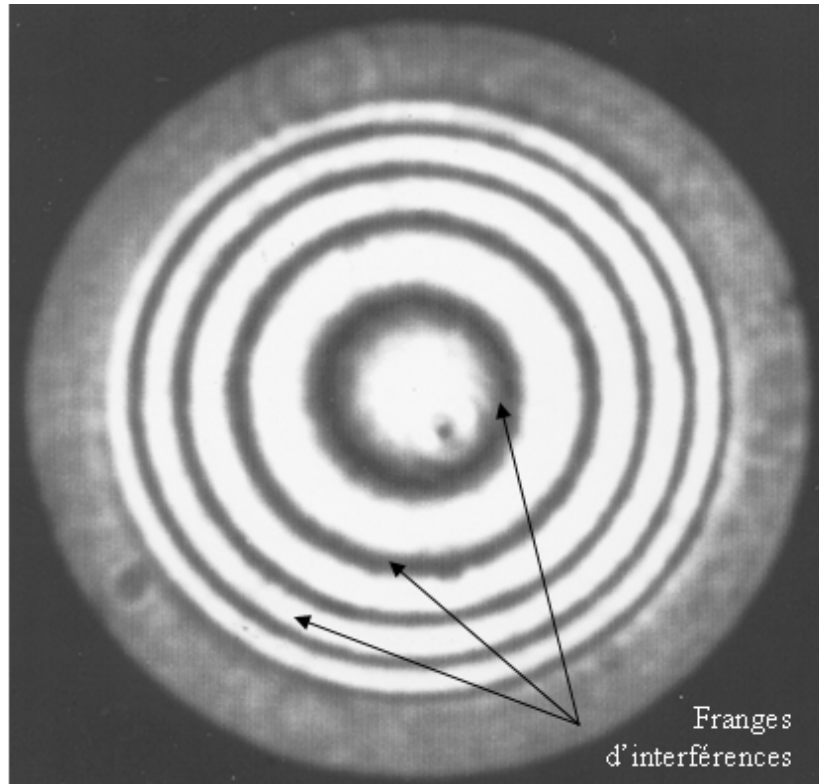


Figure AII.11 : franges observées à l'interféromètre sur un dioptre.

Si la surface à mesurer est parfaite, le faisceau de mesure a un front d'onde identique à celui du faisceau de référence. L'interférogramme obtenu est alors uniforme (on l'appelle alors teinte plate). L'ensemble de la surface paraît entièrement noir ou entièrement blanc. Dans le cas où la surface à mesurer a un ou des défauts, il est possible d'observer différentes franges d'interférences ressemblant aux motifs observés lors du contrôle des dioptres par un calibre (Figure AII.11).

Une fois l'interférogramme formé, l'acquisition des données se fait à l'aide d'une caméra numérique (736×480 pixels) qui possède un zoom ayant un grossissement de 7 fois. Ceci permet de mesurer des dioptres de taille variable en utilisant le maximum de pixels.



L'interférogramme est caractéristique de la forme de la surface mesurée. A partir de l'intensité de l'interférogramme, il est possible de remonter à la forme du dioptre. Les surfaces mesurées sont comparées à la surface de référence de l'objectif de mesure. Or ces dioptres de référence sont sphériques ou plans car ce sont des types de formes qu'il est possible de réaliser avec une grande précision. Ainsi, un interféromètre, sans outillages spécifiques, ne peut mesurer que des surfaces planes ou sphériques. La forme du dioptre de sortie de l'objectif détermine quel type de surface il est possible de mesurer et où il est nécessaire de placer cette surface par rapport à l'appareil <sup>[60]</sup>.

Les interféromètres de type Fizeau présentent l'intérêt d'être indépendants des défauts de forme des dioptres du système optique de l'appareil. En effet, le faisceau de référence ne sort pas de l'appareil. Seul le faisceau de mesure va jusqu'à la pièce à mesurer et revient à l'interféromètre où il rejoint le faisceau de référence. Le faisceau de mesure et celui de référence se séparent et se rejoignent au niveau du dioptre de référence. La différence de marche entre les deux faisceaux se fait entre la surface à mesurer et le dernier dioptre de l'objectif. Le décalage n'est dû qu'à la différence de forme entre ces deux dioptres, s'il n'y a pas de mouvements d'air ou de gradient de température sur ce parcours.

Les mesures données par cet appareil sont exactes à  $\lambda/200$  près en Rt (3.2 nm) et  $\lambda/3000$  en Rms (0.2 nm). La répétabilité est supérieure à  $\lambda/1000$  en Rt (0.6 nm) et  $\lambda/10000$  en Rms (0.06nm). Ces valeurs sont fournies par le constructeur.

La technique PSI (Phase Shift Interferometry) est basée sur la méthode du décalage de phase <sup>[60]</sup>. Pour disposer de plusieurs interférogrammes de la mesure, le système va déplacer, de façon synchrone, l'objectif selon l'axe Z par l'intermédiaire de tube piézo-électrique en enregistrant à intervalles réguliers les intensités de chacun des points dans le champ vu par l'objectif. Par calcul sur les intensités, le système remonte ensuite à la phase des points et par conséquent à leur hauteur. Le temps de mesure est de l'ordre de la seconde.

La principale limite réside dans l'indétermination de l'ordre d'interférence. Le mode PSI est par conséquent réservé à toute surface régulière, plane ou courbe, telle que la différence de hauteur entre pixels voisins n'excède pas le quart de la longueur d'onde (environ 150 nm). Les sources d'erreurs systématiques proviennent de l'étalonnage de la longueur d'onde utilisée, du décalage de phase réalisé par le tube piézo-électrique et du défaut de forme de la surface de référence.

La longueur d'onde est déterminée par la caractéristique du laser. Elle est connue avec une incertitude de plus ou moins 0.5 nm. L'erreur due au décalage de phase est issue de

l'étalonnage du tube piézo-électrique : le mouvement doit être le plus linéaire possible et synchrone avec la prise d'images par la caméra. Pour cela, une procédure d'étalonnage est prévue et doit être faite régulièrement. Cette procédure permet d'obtenir des déphasages de  $90^\circ$  avec une incertitude de plus ou moins  $0.2^\circ$ .

## 2.2. Mesures de surfaces asphériques par interférométrie

L'interféromètre est conçu pour faire des mesures très précises de surfaces sphériques ou planes ( $\lambda/3000$  sur le Rms pour une mesure interférométrique soit 0.21 nm de résolution avec une source laser He-Ne avec  $\lambda \approx 633$  nm). La surface de référence de ces interféromètres est réelle et est constituée par le dernier dioptre de l'objectif de l'appareil. Ce dioptre est sphérique ou plan en fonction de la mesure à réaliser. Il est possible de fabriquer et de contrôler de façon extrêmement précise des dioptries sphériques ou plans. C'est pourquoi l'utilisation d'une surface de référence réelle n'induit pas d'erreurs trop importantes. De plus, ces erreurs étant systématiques, elles peuvent être soustraites lors de l'analyse de la mesure. Ce type d'appareil est parfait pour la mesure de formes sphériques ou planes.

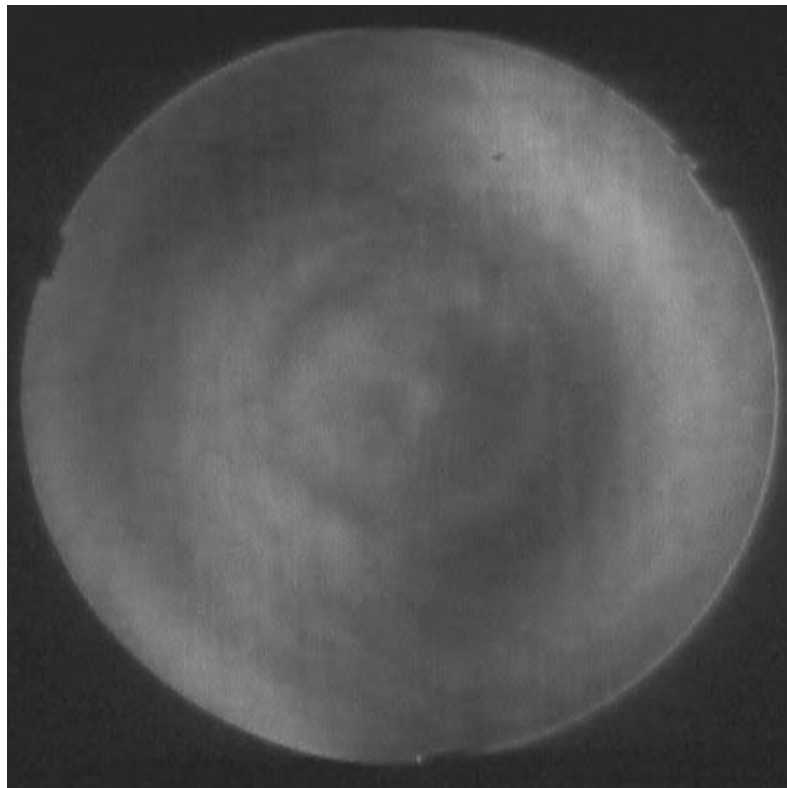


Figure AII.12 : interférogramme uniforme (teinte plate) sur le moniteur de contrôle d'un interféromètre.

Cependant, il ne permet pas de mesurer des dioptries asphériques sans utiliser de correcteurs. En effet, un interféromètre compare la forme du front d'onde réfléchi par le

dioptre de référence avec celle du front d'onde réfléchi par le dioptre mesuré. Les interférences entre ces deux faisceaux sont engendrées par les différences de forme entre les deux dioptres. L'image de ces interférences est captée par une caméra numérique, puis exploitée par le logiciel de l'appareil de mesure. Un dioptre parfait donne un interférogramme uniforme, comme c'est le cas sur la figure suivante (*Figure AII.12*). Inversement, un dioptre très déformé produira une image comportant de nombreuses franges (*Figure AII.11*).

La majorité des dioptres asphériques n'est pas mesurable sur les interféromètres, car leurs interférogrammes sont trop complexes (*Figure AII.13*) et trop grands pour être exploités correctement (les franges sont trop serrées et le cheminement des faisceaux lumineux dans l'objectif doit être pris en compte de façon particulière, car il est différent de celui des dioptres sphériques).



*Figure AII.13 : interférogramme d'un dioptre asphérique trop complexe pour être interpréter.*

Pour mesurer à l'aide d'un interféromètre un dioptre asphérique, il est nécessaire d'utiliser un correcteur. Ces correcteurs ont pour but de ramener le front d'onde réfléchi par l'asphérique à un front d'onde semblable à celui réfléchi par un dioptre sphérique de façon à ce qu'il soit exploitable par l'instrument. Il en existe deux grands types : les correcteurs composés de lentilles (Null Lens) et ceux constitués d'un réseau à pas variables (appelé

CGH : Computer Generated Hologram) <sup>[61]</sup>. Les correcteurs à lentilles compensent les aberrations introduites sur le front d'onde sphérique par le dioptre asphérique. Il est important de noter que chaque défaut de forme des dioptres du correcteur sera interprété lors de la mesure comme étant un défaut du dioptre mesuré. C'est pourquoi les lentilles composant ces correcteurs doivent être de très bonne qualité. Il en résulte que ces correcteurs sont difficiles à réaliser et coûtent très cher <sup>[62]</sup>. Les réseaux à pas variables diffractent le faisceau de mesure de telle sorte que celui-ci soit entièrement acquis par l'appareil de mesure et ensuite exploité informatiquement. L'alignement de ces correcteurs doit être effectué avec le plus grand soin, car ce type de mesure est extrêmement sensible aux erreurs de positionnement. Concrètement, un correcteur à pas variables est constitué d'une plaque à faces parfaitement parallèles qui peut être composée de verre ou de silice. Cette plaque sert de substrat au réseau proprement dit, qui est en chrome ou en polymère. Le réseau est fabriqué par lithographie.

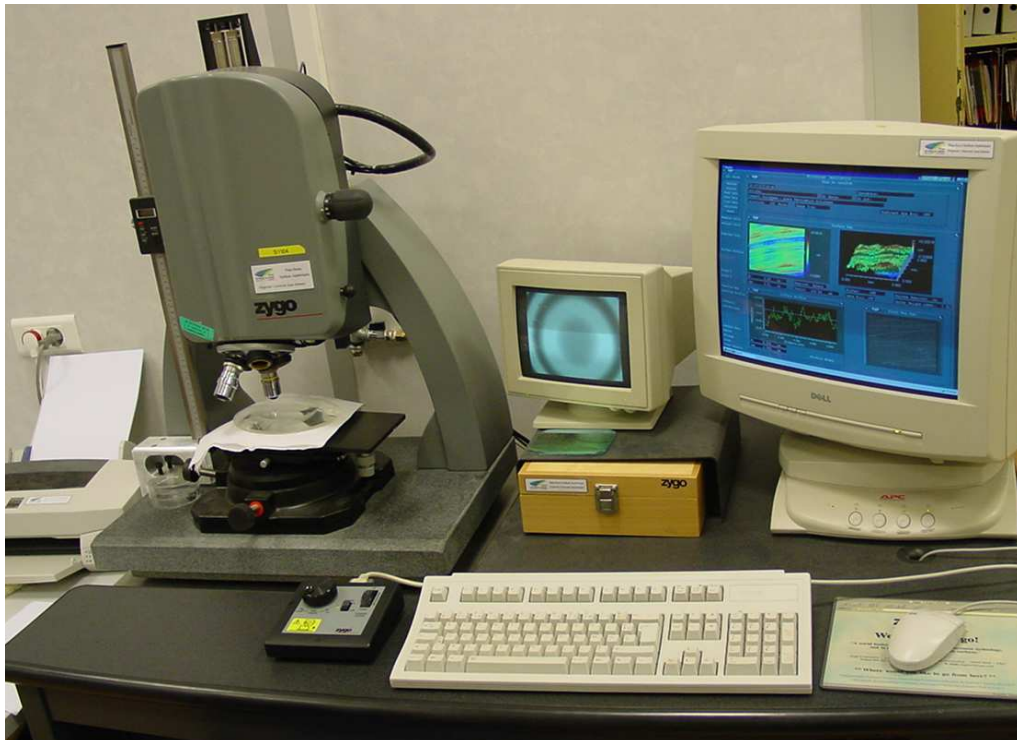
Ce dernier type de correcteur est utilisé chez *Thalès-Angénieux*. Chaque CGH est adapté à un seul dioptre (défini pour une surface asphérique et le diamètre de cette lentille). L'emploi de ces correcteurs réduit sensiblement la précision des mesures, tout comme l'emploi d'un correcteur à lentilles. Alors qu'il est possible d'avoir des précisions de l'ordre de 30 nm sur de bons interféromètres, l'emploi d'un CGH fait passer cette précision aux environs de 150 nm sur le Rt (précision de la réalisation du CGH et de son positionnement). Ce type de correcteurs est bien moins onéreux que ceux utilisant des lentilles.

### **2.3. Mesures surfaciques de rugosité au rugosimètre optique *New***

#### ***View 5020***

Le *New View 5020* (*Figure AII.14*) de la société *Zygo* <sup>[63]</sup> est un microscope électronique à tête interférométrique. C'est un interféromètre en lumière blanche (c'est-à-dire dans un domaine de longueurs d'ondes étendu) qui utilise le contraste de phase et un balayage vertical pour donner des images en trois dimensions de la surface testée sans aucun contact avec celle-ci.

La lumière produite par le microscope est une lumière blanche filtrée, issue d'une lampe halogène au tungstène. Le filtre utilisé est centré sur une longueur d'onde de 600 nm et a une largeur de bande de 125 nm. La lumière se divise en deux faisceaux lorsqu'elle arrive dans l'objectif interférométrique (Michelson ou Mirau).



*Figure AII.14 : photo du rugosimètre optique Zygo New View 5020.*

Ces deux faisceaux se réfléchissent, l'un sur la surface à mesurer et l'autre sur une surface de référence de très grande qualité quant à son état de surface et à sa planéité. Les deux faisceaux se combinent alors à nouveau et sont envoyés vers la caméra. Dans certaines conditions, ils peuvent créer un interférogramme où apparaissent des franges claires et sombres. Une suite d'interférogrammes sera alors générée par un mouvement vertical de l'objectif, perpendiculairement à la surface éclairée. Ce mouvement est parfaitement contrôlé grâce à un système piézo-électrique.

Pendant ce mouvement, un capteur enregistre toutes les données dans une mémoire digitale. Ces données sont des mesures d'intensité reçue en chacun des pixels de la caméra (donc une intensité en fonction de la position). Ces images sont également envoyées sur un moniteur vidéo qui agrandit 26 fois l'image reçue par la caméra. Ces données sont ensuite traitées avec la méthode d'analyse des domaines de fréquences (A.D.F. ou F.D.A. en anglais pour Frequency Domain Analysis). C'est une méthode mathématique qui transforme les données d'intensité des interférogrammes en domaine de fréquences spatiales et de phases. L'étape finale est la création d'une image complète en trois dimensions construite avec les coordonnées du plan image correspondant. Pour augmenter la vitesse de traitement des données, le logiciel utilise un discriminateur sophistiqué qui rejette les portions d'un interférogramme, qui ont un contraste de franges faible.

Toutes les mesures opérées donnent les résultats en hauteurs relatives par rapport à une surface de référence et non pas une distance absolue. Comme ces interféromètres ont une surface de référence séparée, ils sont sensibles aux vibrations et ont besoin d'être placés sur une table d'isolation et dans un environnement calme. Les effets de l'environnement, comme les turbulences de l'air, peuvent réduire significativement la précision de la mesure.

Le gros avantage de l'interférométrie en lumière blanche par « phase shifting » (par décalage de phase) est qu'elle ne souffre pas du besoin de surfaces lisses par rapport à la longueur d'onde utilisée. En effet, avec les techniques interférométriques en « phase shifting » conventionnelle, les discontinuités de surface supérieures à  $\lambda/4$  (en général 150 nm) ne peuvent être résolues sans ambiguïté à cause de la nature cyclique des interférences. Les mesures dans une large gamme de longueurs d'ondes lèvent cette ambiguïté et sont capables de mesurer des marches allant jusqu'à 100  $\mu\text{m}$  avec une répétabilité inférieure à 0.5 nm en Rms.

Les mesures sont précises et reproductibles <sup>[64]</sup>. Elles sont faites en peu de temps : 3 secondes pour un balayage de 2  $\mu\text{m}$ , 7 secondes pour un balayage de 10  $\mu\text{m}$  et 45 secondes pour un balayage de 100  $\mu\text{m}$ . Le traitement des données est très court et l'affichage des résultats se fait en quelques secondes après l'acquisition <sup>[63]</sup>.

### **3. Mesures de formes asphériques par déflectométrie**

La déflectométrie est une méthode qui permet de mesurer le champ de pente d'une surface. Cette technique est utilisée par des appareils de mesure de formes développés par *Thalès-Angénieux*. Ces appareils sont appelés asphéromètres (*Figure AII.15*) ou plus généralement *AS1* et *AS2* dans cette entreprise <sup>[65]</sup>.

La première technique de mesure de déflectométrie est celle du « couteau de Foucault ». Cette technique permet de contrôler de façon qualitative les surfaces optiques. Elle était très utilisée pour les surfaces asphériques. Le principe de cette technique est le suivant : la surface à mesurer est éclairée et une partie des rayons réfléchis est bloquée par une surface au bord rectiligne appelé « couteau », l'image de la surface mesurée créée par les rayons réfléchis va être différente. Cette image mêle des zones éclairées et des zones d'ombres.

Les régions éclairées ont toute une pente de même nature opposée à celles des régions dans l'ombre. Cette méthode peut être améliorée en utilisant une fente plutôt qu'un couteau. L'objet est alors illuminé par un faisceau de lumière adapté à la surface à mesurer. Dans le cas de la figure suivante (*Figure AII.16*), une ou plusieurs lignes d'isovaleur de pentes sont observées sur l'écran.

La forme de la surface peut être décrite par la fonction  $z(x,y)$  où  $z$  est la distance (ou flèche) séparant la surface au point  $(x,y)$  d'un plan de référence. La pente locale aura alors deux composantes :  $\partial z/\partial x$ , la dérivée de la fonction  $z(x,y)$  par rapport à  $x$  et  $\partial z/\partial y$  sa dérivée par rapport à  $y$  <sup>[66]</sup>.

Pour avoir en une seule fois un ensemble plus important d'informations, la fente peut être remplacée par un ensemble de fentes, c'est-à-dire une grille. Cette méthode de mesure a été décrite pour la première fois en 1923 par le physicien Vasco Ronchi. Sur la figure, les traits de la grille sont supposés être parallèles à l'axe  $X$ , ainsi les pentes suivant  $Y$  seront mesurées. Sur l'écran apparaissent des motifs ressemblant à des franges d'interférence. L'ensemble du motif est appelé ronchigramme (*Figure AII.17*).

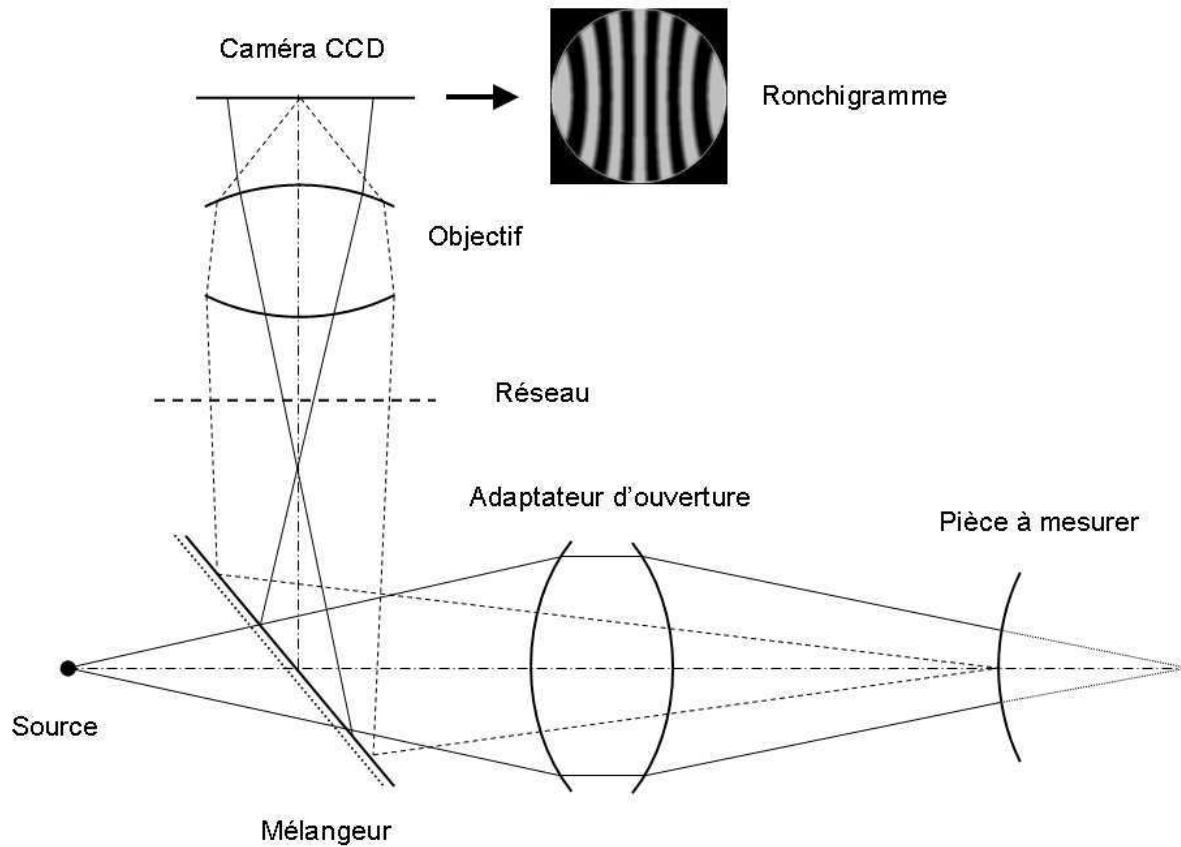


Figure AII.16 : principe de mesure par déflectométrie d'un dioptré optique et le ronchigramme obtenu, caractéristique de sa forme.

En faisant simplement translater la grille, il est possible de modifier les franges, exactement comme si un décalage de phase avait été effectué <sup>[67]</sup>.

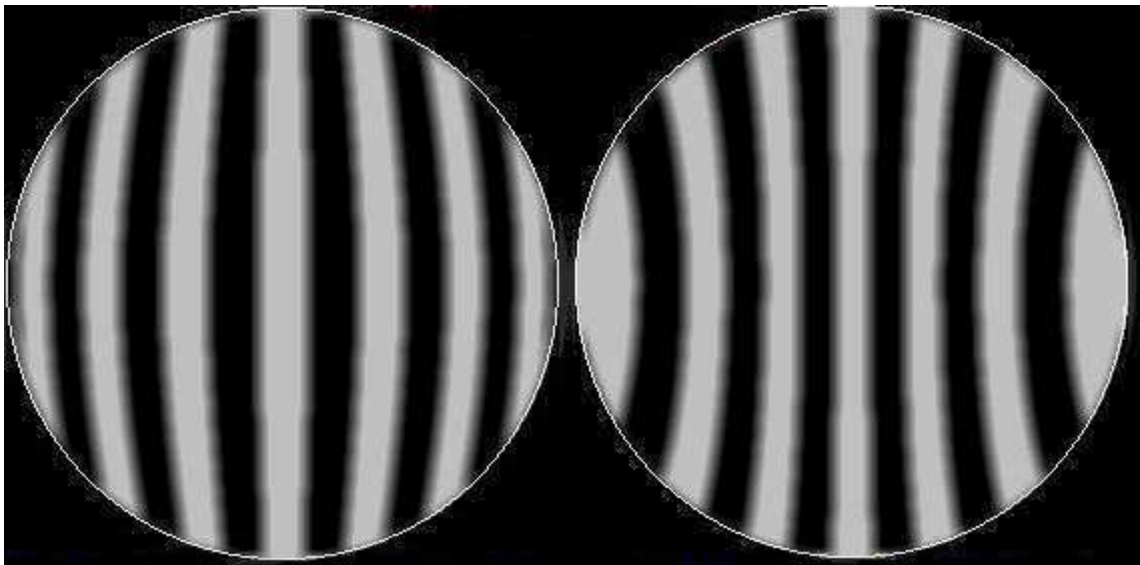


Figure AII.17 : ronchigrammes d'un dioptré sphérique convexe à gauche et d'un dioptré sphérique concave à droite.



Par rapport à la technique de l'interférométrie, la déflectométrie présente les différences suivantes :

- Une très faible sensibilité aux vibrations pour la mesure des surfaces planes car les vibrations n'induisent pas des translations de corps solide au niveau de l'objet, celles-ci ne modifient pas les pentes.
- La possibilité de régler la sensibilité de l'appareil. En effet, celle-ci dépend du pas de la grille d'analyse. On peut donc augmenter cette valeur si la surface présente des variations de hauteur et donc de pentes importantes, pour diminuer le nombre de franges observées. Ceci n'est pas possible par l'interférométrie où la distance entre deux franges dépend de la longueur d'onde du laser employé et n'est donc pas modifiable dans de grandes proportions.
- Le fait qu'il n'est pas nécessaire d'avoir une surface de référence réelle pour faire une mesure, ce qui permet de mesurer des dioptries asphériques assez simplement. Il est néanmoins nécessaire de faire une calibration sur une surface sphérique afin d'évaluer et de retirer les défauts générés par le système optique de l'appareil.

*Thalès-Angénieux* possède plusieurs asphéromètres. Ces appareils fonctionnent sur le même principe : dans un premier temps, le logiciel calcule le ronchigramme théorique que la surface produirait si elle était parfaite : c'est-à-dire qu'il prend en compte les défauts des systèmes optiques de l'appareil de mesure (adaptateur, objectif de la caméra) et le type de réseau utilisé. Ensuite l'appareil forme et enregistre le ronchigramme réel et le soustrait à la mesure théorique. Le résultat de cette soustraction est le ronchigramme des défauts de surface.

Ces équipements permettent donc de mesurer l'écart de forme de surfaces optiques, qu'elles soient sphériques ou asphériques, mais aussi la surface d'onde transmise par un composant optique (lentille ou groupe de lentilles) et le rayon de courbure de surfaces sphériques. Les possibilités de ces appareils sont :

- Une incertitude de mesure de 0.015 mm pour un rayon inférieur à 500 mm et de 0.025 mm pour un rayon supérieur à cette valeur.

- Une répétabilité des mesures de  $0.05 \mu\text{m}$  pour une pièce sphérique et pour une pièce asphérique, elle dépend du pas du réseau employé : l'incertitude est de  $0.07 \mu\text{m}$  pour un réseau de pas 1 mm, elle est de  $0.10 \mu\text{m}$  pour un réseau de pas 2 mm et elle est de  $0.15 \mu\text{m}$  pour un réseau de pas 3 mm.
- Une reproductibilité des mesures de  $0.10 \mu\text{m}$  pour une pièce sphérique ou de faible asphéricité ( $< 50 \mu\text{m}$ ) et de  $0.20 \mu\text{m}$  pour une pièce de forte asphéricité ( $150 \mu\text{m}$ ).

Lors de la mesure d'une surface en déflectométrie avec l'adaptateur adéquat, le ronchigramme sera complètement uniforme si la surface est parfaitement sphérique ou plane. Cela est dû au fait que le réseau se trouve dans le plan image de l'adaptateur et que ce dernier est composé de dioptries sphériques ou plans.

Plus la surface est déformée, plus le ronchigramme sera complexe. Cela signifie que plus la forme de la surface à mesurer est éloignée de celle d'une sphère ou d'un plan, plus son image dans le plan réseau de Ronchi peut être étendue et donc plus le ronchigramme de cette surface sera difficilement interprétable, c'est-à-dire composé d'un nombre important de raies. Or les dimensions de l'image que peut capter la caméra sont limitées par le diamètre de la pupille de son objectif. Cela implique donc que cet appareil ne peut mesurer que des surfaces dont la déformation par rapport à une calotte sphérique ou un plan est limitée. Il en est de même pour les surfaces asphériques : seules celles dont l'asphéricité est inférieure à certaines valeurs (qui dépendent du diamètre de mesure et de la précision recherchée) peuvent être mesurées.

Par ailleurs, une autre source de limitation des mesures des surfaces asphériques est la sensibilité de la caméra. Pour analyser correctement un ronchigramme, il est nécessaire que le logiciel d'analyse puisse distinguer les différentes lignes (claires et sombres) d'isovaleur de la pente qui le compose. Or, pour certaines surfaces trop déformées, les ronchigrammes peuvent être acquis dans leur intégrité par la caméra, mais être trop complexes pour être pris en compte.

Ainsi, à partir de certaines déformations (ou asphéricité dans le cas de surfaces asphériques), qui dépendent du diamètre de la surface à mesurer, de l'objectif de la caméra, de la taille du capteur CCD, du réseau et de l'adaptateur, le logiciel de mesure n'est plus capable de faire l'analyse de l'image trop complexe de la surface ou bien le système d'acquisition n'est plus en mesure d'enregistrer l'ensemble de cette image. Toutefois, il est possible en

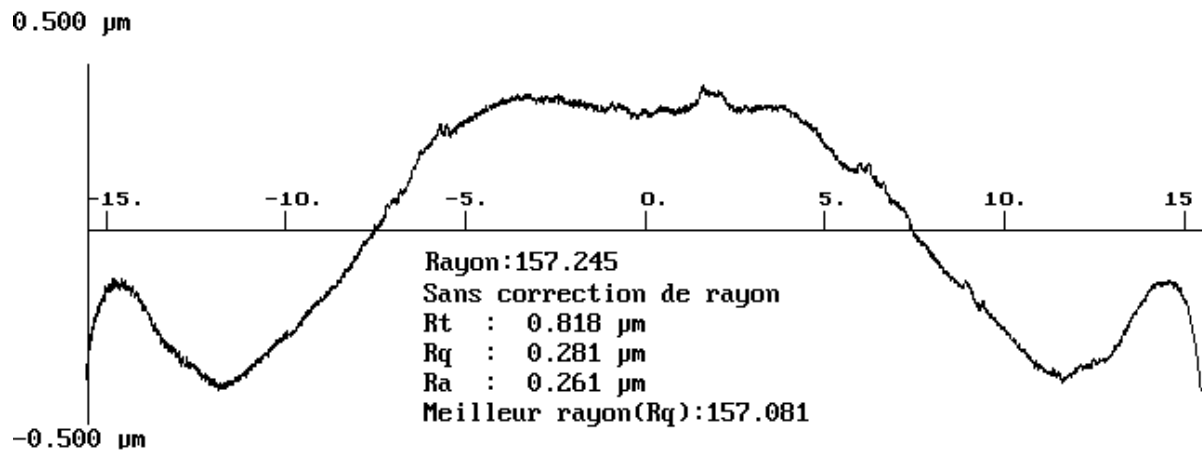
utilisant des correcteurs en plus des adaptateurs standards, de mesurer des asphériques dont la déformation est importante. Cela implique, cependant, une diminution de la précision des mesures.

La déflectométrie est un des rares moyens de mesure des dioptries asphériques en trois dimensions qui fonctionne actuellement et qui ne nécessite pas de correcteurs particuliers pour chaque dioptrie dont l'asphéricité ne dépasse pas quelques centaines de micromètres. La précision des mesures sur les dioptries asphériques ainsi que la plage de mesures restent intéressantes pour le contrôle de ce type de surfaces.

#### **4. Les compensations et les corrections de rayon**

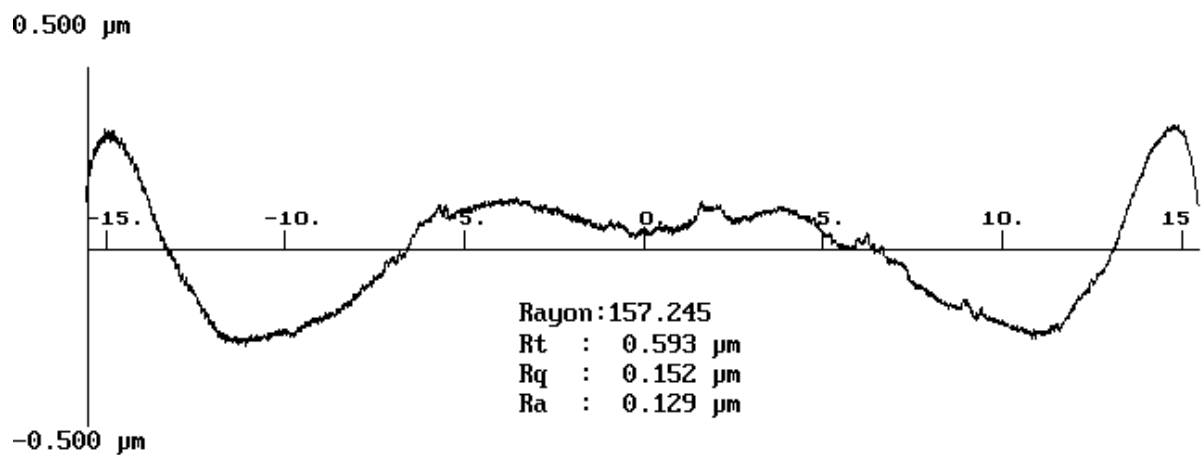
Il existe principalement deux méthodes pour améliorer le profil décrit par l'outil (meule ou outil diamant) afin de générer la surface la plus proche possible de celle recherchée. Pour corriger la trajectoire de l'outil générée par le logiciel *Toolpath Generator* <sup>[55]</sup> de la société *Taylor Hobson*, nous pouvons donc procéder des deux manières suivantes :

- La première méthode, appelée correction de rayon, a une influence globale sur la forme produite. Elle consiste à modifier légèrement certains paramètres utilisés par le logiciel programmant la trajectoire de l'outil. Le paramètre qui est modifié est le rayon osculateur  $R$  dans la définition de l'asphérique théorique (*Équation I.1*). Ceci est particulièrement efficace dans le cas de sphères où le rayon est l'unique paramètre qui définit la forme. Mais cette méthode permet également d'améliorer la forme obtenue sur les dioptries asphériques. Le programme généré avec les paramètres nominaux produit une surface usinée se qui se rapproche d'une sphère de rayon  $R_1 = 157.081$  mm (*Graphique AII.1*).



Graphique AII.1: profil d'un dioptre asphérique avec un rayon final différent de celui programmé.

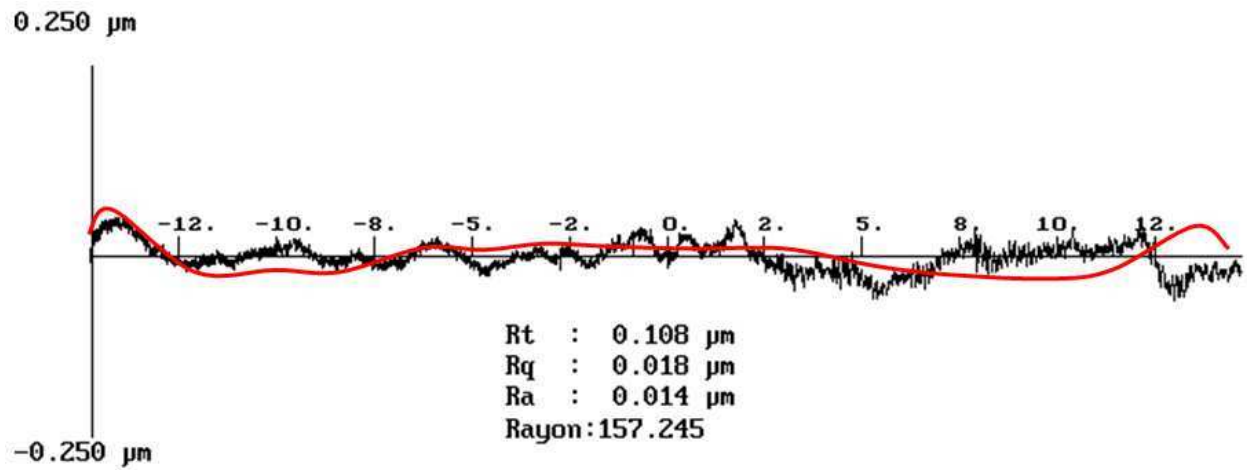
Or, l'objectif était de réaliser une surface de rayon  $R = 157.245$  mm, soit une différence de  $\Delta R = R - R_1 = 0.164$  mm. Un nouveau programme d'usinage est alors conçu avec pour nouveau rayon une valeur plus forte que la valeur nominale.



Graphique AII.2 : profil de la surface asphérique avec le nouveau rayon programmé.

Le nouveau rayon programmé est  $R_2 = R + \Delta R = 157.409$  mm. Ce programme donne une surface meulée dont le profil est plus proche de la forme théorique (Graphique AII.2) et dont le rayon correspond à celui désiré.

- Le dioptre réalisé avec un programme ayant déjà subi une correction de rayon peut encore présenter des défauts de forme inacceptables. Ces défauts n'ont plus le caractère global des défauts de rayon.



Graphique AII.3 : profil asphérique après compensation des effets de l'usinage. La courbe rouge représente le profil des défauts générés par le programme.

La seconde méthode de correction (appelée compensation) des programmes de déplacement de l'outil consiste alors à modifier localement la trajectoire de la meule en fonction des défauts produits par le programme. Concrètement, cela signifie qu'il est possible, après avoir mesuré une méridienne de la surface, et donc les défauts de forme, de soustraire le profil de ces défauts mesurés au profil programmé (Graphique AII.3).

## **Annexe III**

















## **1.4. La diffraction des rayons X**

Lors de l'envoi d'un faisceau de rayons X (les longueurs d'ondes habituellement utilisées pour l'analyse sont comprises entre 0.02 nm et 0.3 nm) sur la matière, trois interactions (*Figure AIII.3*) peuvent avoir lieu <sup>[71]</sup> :

- L'absorption des rayons X.
- La fluorescence qui correspond à l'émission de nouveaux photons X.
- La diffraction des rayons X.

Dans cette thèse, nous traiterons uniquement du phénomène de diffraction. La diffraction des rayons X a pour origine un phénomène de diffusion par un très grand nombre d'atomes. Puisque ces atomes sont arrangés de façon périodique en un réseau, les rayons X

diffusés ont des relations de phase entre eux, relations qui peuvent être destructives ou constructives selon les directions.

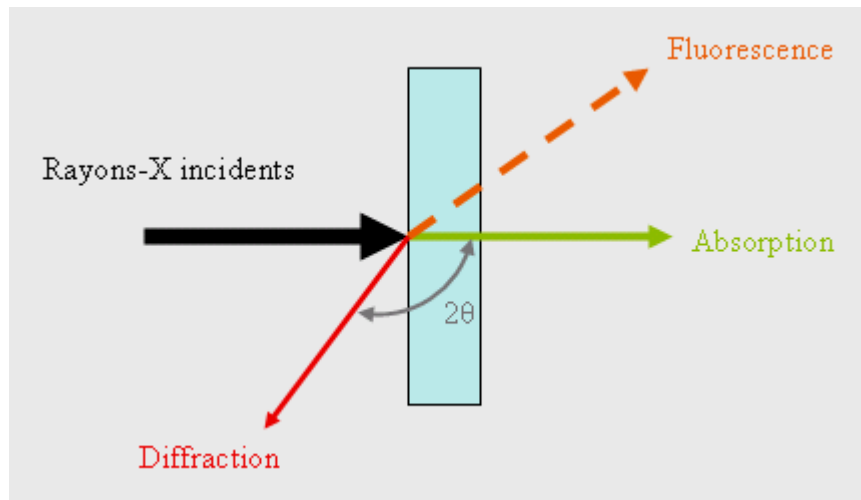


Figure AIII.3 : interactions entre les rayons X et la matière.

Les directions constructives correspondant aux faisceaux diffractés selon certaines directions particulières sont définies par la loi de Bragg (Équation AIII.1) :

$$2 \times d \times \sin (\theta) = n \times \lambda$$

Équation AIII.1

Dans cette équation n est un nombre entier et représente l'ordre de la diffraction. Cela se traduit par le fait que, si un faisceau de rayons X de longueur d'onde  $\lambda$  pénètre avec une incidence  $\theta$  sur une famille de plans cristallins de distance interréticulaire d, alors la relation précédente est vérifiée.

Ainsi, si un faisceau monochromatique de rayons X, de longueur d'onde  $\lambda$ , est envoyé sur la surface d'un échantillon polycristallin, les faisceaux sont diffractés dans certaines directions de l'espace dépendant directement de la structure de l'échantillon (Figure AIII.4).

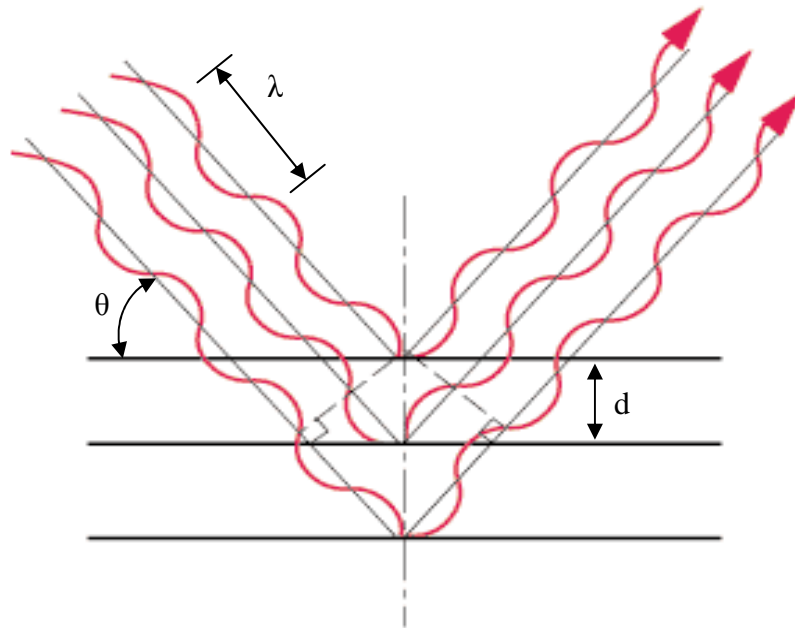


Figure AIII.4: diffraction des rayons X sur une famille de plans.

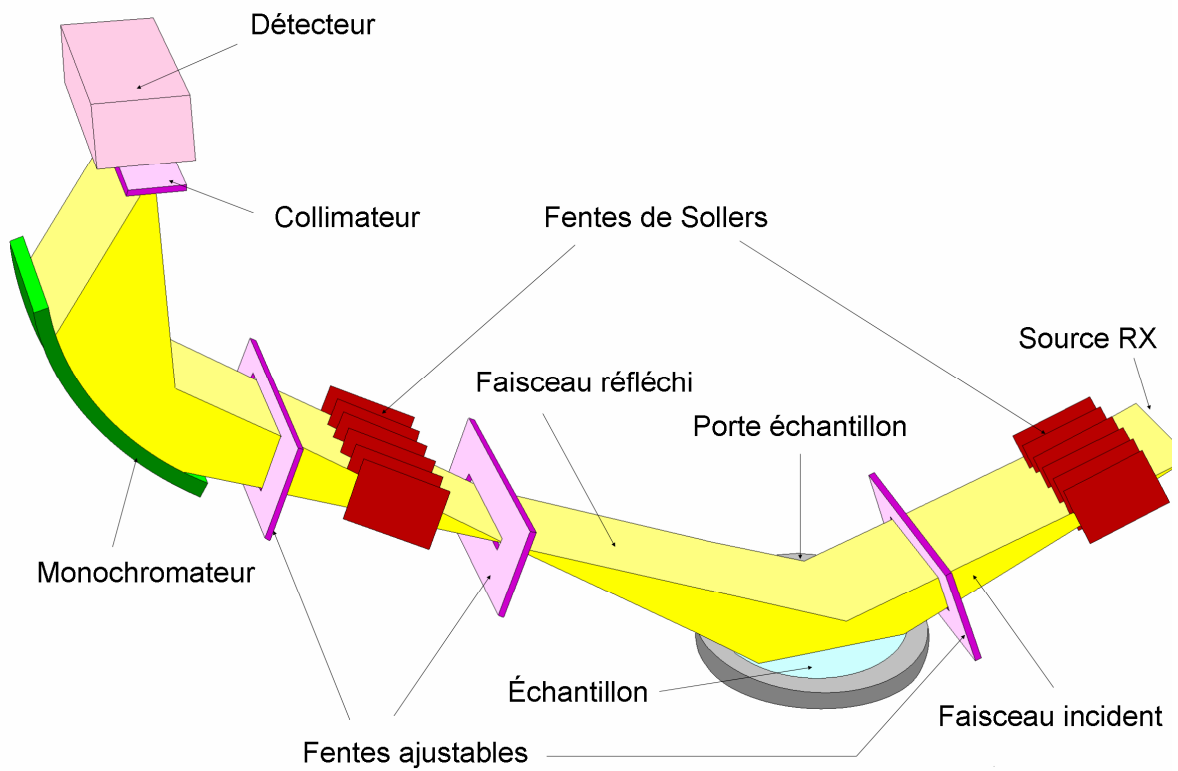


Figure AIII.5 : schéma de montage goniométrique expérimental de diffraction par des rayons X.



### Annexe III

En enregistrant les pics de diffraction dans un montage particulier (*Figure AIII.5*), il est possible de déterminer la structure du cristal, son orientation dans l'échantillon, sa microstructure, ses sous-joints et donc sa qualité optique <sup>[70]</sup>.





















































































## Annexe IV

### 1. Anticathodes et filtres d'absorption de la raie $K\beta$

Le tableau (*Tableau AIV.1*) ci-dessous indique les filtres à utiliser suivant la nature de la cible employée et donne quelques caractéristiques appropriées aux différentes anticathodes usuelles <sup>[81], [91], [92]</sup> :

Anticathode		Argent (Ag)	Molybdène (Mo)	Cuivre (Cu)	Cobalt (Co)	Fer (Fe)	Chrome (Cr)	
Longueur d'onde (Å)	$K\alpha_1$	0.564	0.714	1.544	1.793	1.940	2.294	
	$K\alpha_2$	0.559	0.709	1.540	1.789	1.936	2.290	
	$K\beta$	0.497	0.632	1.392	1.621	1.737	2.085	
Faisceau incident $\frac{I(K\alpha)}{I(K\beta)}$		-	3.9	5.6	5.7	5.7	5.1	
Filtres pour $\frac{I(K\beta)}{I(K\alpha)} = \frac{1}{600}$	Nature		Rhodium (Rh)	Zirconium (Zr)	Nickel (Ni)	Fer (Fe)	Manganèse (Mn)	Vanadium (V)
	$\lambda_K$ (Å)		0.534	0.688	1.487	1.743	1.895	2.268
	Épaisseur	$\text{g.cm}^{-2}$	0.096	0.069	0.019	0.014	0.012	1.009
mm		0.079	0.108	0.021	0.018	0.016	0.016	
Facteur de transmission $\frac{I(K\alpha)_{transmis}}{I(K\alpha)_{incident}}$		0.29	0.31	0.40	0.44	0.46	0.50	

Tableau AIV.1 : filtres usuels pour la suppression de la raie  $K\beta$ .



## 2. Fiches de la fluorine du Joint Committee on Powder Diffraction Standards

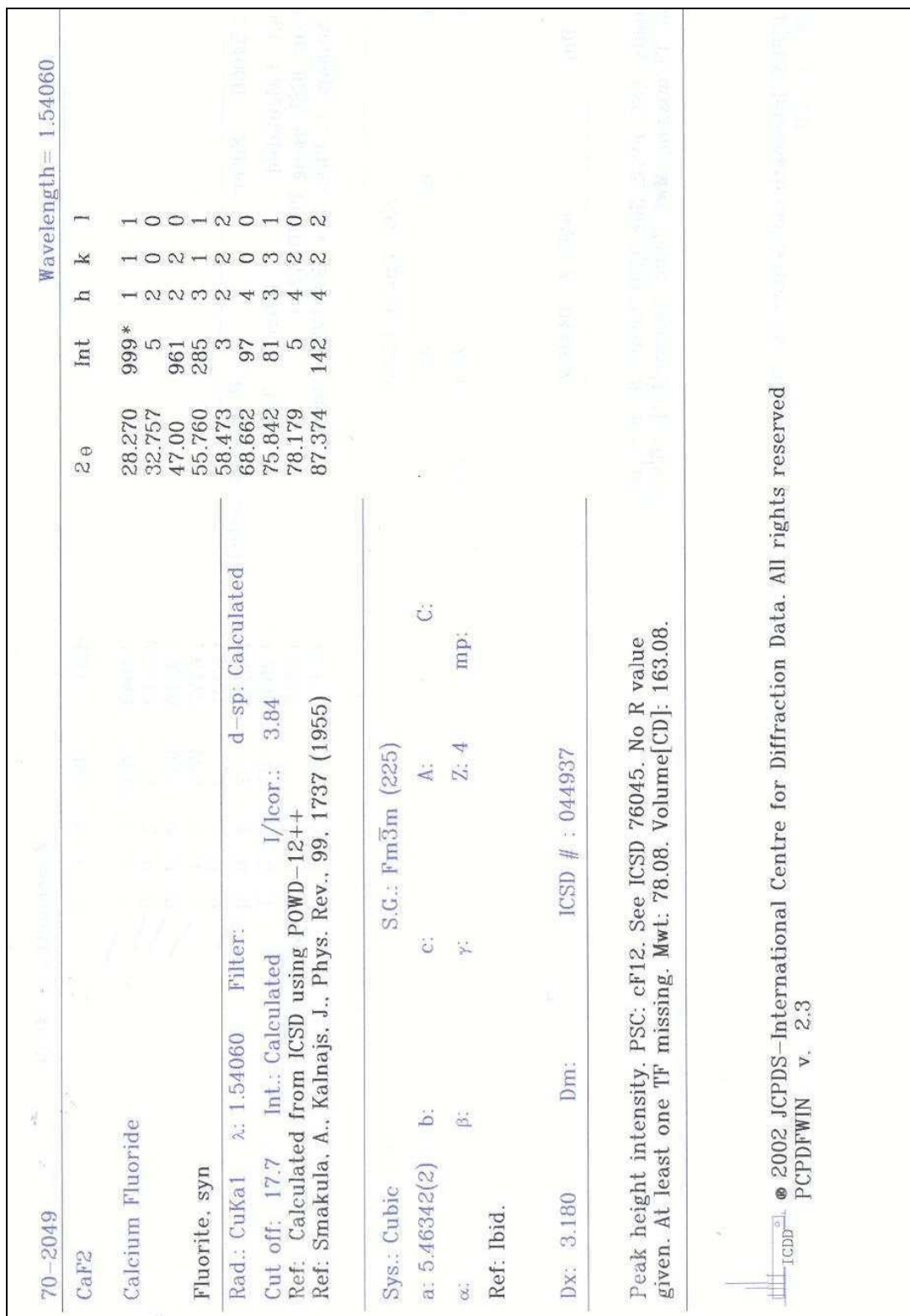


Figure AIV.1 : fiche JCPDS de la fluorine en fonction de l'angle de Bragg  $2\theta$ <sup>[7]</sup>.


70-2049		Wavelength= 1.54060		
CaF <sub>2</sub>				
Calcium Fluoride				
Fluorite, syn				
Rad.: CuKα1	λ: 1.54060	Filter:		d-sp: Calculated
Cut off: 17.7	Int.: Calculated	1/Incor.:	3.84	
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++				
Ref: Smakula, A., Kalnajs, J., Phys. Rev., 99, 1737 (1955)				
Sys.: Cubic	S.G.: Fm $\bar{3}$ m (225)			
a: 5.46342(2)	b:	c:	A:	C:
α:	β:	γ:	Z: 4	mp:
Ref: Ibid.				
Dx: 3.180	Dm:	ICSD #:	044937	
				
Peak height intensity. PSC: cF12. See ICSD 76045. No R value given. At least one TF missing. Mwt: 78.08. Volume[CD]: 163.08.				
© 2002 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved PCPDFWIN v. 2.3				

Figure AIV.2: fiche JCPDS de la fluorine en fonction de la distance interréticulaire<sup>[7]</sup>.

### 3. Facteurs de diffusion atomique et facteur de structure

#### 3.1. Le facteur de diffusion atomique simple fs

Les atomes ne sont pas des points dans l'espace, ils possèdent une taille finie et ont la même dimension que les rayons X utilisés pour l'étude par diffraction. De surcroît, les électrons sont répartis dans tout le volume de l'atome. Cela implique que tous ces électrons ne diffractent pas en phase le rayonnement incident. Cette différence de phase provoque une interférence partielle et une nette diminution dans l'amplitude diffractée par un atome, de sorte que l'efficacité de la diffraction est une fonction de l'angle de Bragg  $\theta$ . Cette mesure décroît rapidement quand  $\lambda^{-1} \times \sin \theta$  augmente.

Le facteur de diffusion atomique simple,  $f_s$ , est la mesure de l'amplitude diffractée par un atome quand un rayonnement d'amplitude donnée le rencontre (*Figure AIV.3*)<sup>[81], [92], [93], [94]</sup> : c'est le rapport entre l'amplitude de la radiation diffusée par l'amplitude de la radiation qu'un simple électron peut diffuser dans les mêmes conditions de la théorie classique.

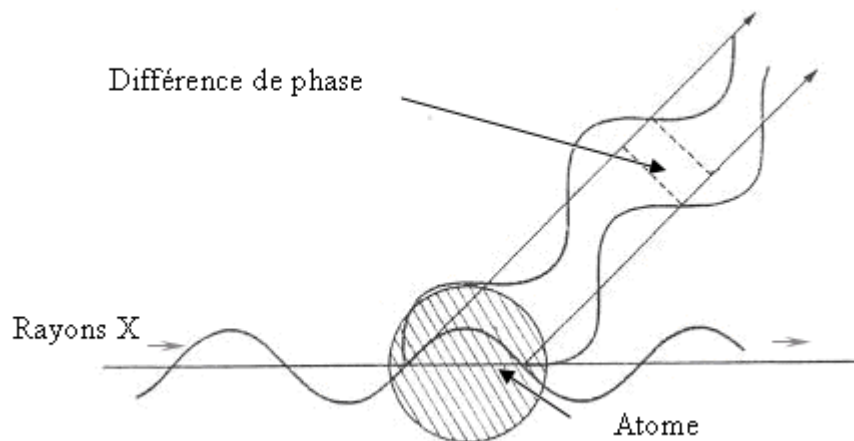


Figure AIV.3 : différence de phase due à la diffraction par différentes zones de l'atome<sup>[90]</sup>.

On en déduit aisément d'après la loi de Bragg (Équation IV.8) la relation (Équation AIV.1) :

$$\frac{1}{2d} = \frac{\sin \theta}{\lambda}$$

Équation AIV.1

Les valeurs associées aux différents plans cristallographiques sont répertoriées dans le tableau suivant (*Tableau AIV.2*).

	111	220	311	400	422
$d_{\text{calculé}}$ (Å)	3.154307008	1.931610665	1.647283110	1.365855000	1.115215938
$\frac{1}{2d_{\text{calculé}}}$ (Å <sup>-1</sup> )	0.1585134227	0.2588513354	0.3035300957	0.3660710691	0.4483436642

*Tableau AIV.2 : comparaison des distances interréticulaires calculées et d'après les tables JCPDS.*

Le calcul du facteur de diffusion atomique est généralement assez compliqué<sup>[90], [92]</sup>,<sup>[98]</sup>. Les calculs se font avec une expression analytique approchée du facteur de diffusion atomique simple et donnée par la formule (*Équation AIV.2*)<sup>[98]</sup> :

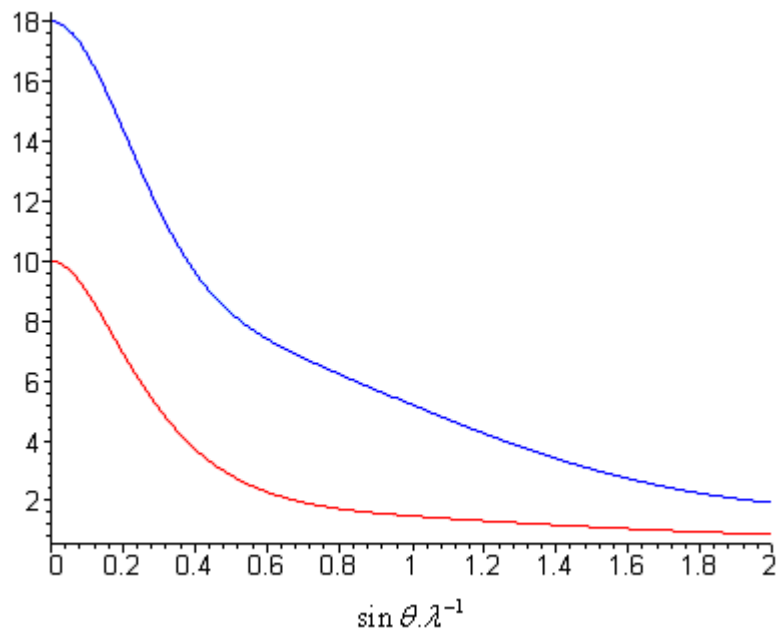
$$f_s \left( \frac{\sin \theta}{\lambda} \right) = \sum_{i=1}^4 a_i \times e^{-b_i \times \left( \frac{\sin \theta}{\lambda} \right)^2} + c$$

*Équation AIV.2*

Les coefficients de l'équation précédente, dans les cas de l'atome de fluor et de l'atome de calcium, sont donnés dans le tableau suivant (*Tableau AIV.3*) :

	<b>a<sub>1</sub></b>	<b>b<sub>1</sub></b>	<b>a<sub>2</sub></b>	<b>b<sub>2</sub></b>	<b>a<sub>3</sub></b>	<b>b<sub>3</sub></b>	<b>a<sub>4</sub></b>	<b>b<sub>4</sub></b>	<b>c</b>
<b>F<sup>-</sup></b>	3.63220	5.27756	3.51057	14.7353	1.26064	0.442258	0.940706	47.3437	0.653396
<b>Ca<sup>2+</sup></b>	15.6348	-0.00740	7.95180	0.608900	8.43720	10.3116	0.853700	25.9905	-14.875

*Tableau AIV.3 : coefficients des fonctions des facteurs de structure<sup>[98]</sup>.*



Graphique AIV.1 : représentation des facteurs de diffusion atomique de l'ion  $F^-$  (courbe en rouge) et de l'ion  $Ca^{2+}$  (courbe en bleu).

Cette relation précédente donne une excellente approximation de la courbe représentative (Graphique AIV.1) du facteur de diffusion atomique dans le cas de l'ion  $F^-$  et de l'ion  $Ca^{2+}$ .

### 3.2. Le facteur de diffusion atomique complexe $f_c$

Lors de l'interaction entre un photon incident et un atome, deux cas peuvent se présenter en dehors de la diffusion classique. D'abord, l'atome peut absorber un photon, passer par un état excité intermédiaire, puis émettre un photon de même énergie que le photon incident en retombant à son niveau fondamental, c'est la dispersion anormale <sup>[98]</sup>. Ensuite, l'atome peut absorber un photon et émettre un électron, c'est l'absorption photoélectrique. Ces deux effets donnent lieu à des corrections, l'une  $\Delta f'$  étant réelle et l'autre  $i \times \Delta f''$  imaginaire, à apporter au facteur de diffusion atomique simple qui s'écrit donc en réalité (Équation AIV.3) <sup>[90], [92], [94], [99]</sup> :

$$f_c \left( \frac{\sin \theta}{\lambda} \right) = f_s \left( \frac{\sin \theta}{\lambda} \right) + \Delta f' + i \times \Delta f''$$

Équation AIV.3

Les coefficients  $\Delta f'$  et  $\Delta f''$  sont intimement liés au rayonnement utilisé dans le diffractomètre.

	<b>Cr K<math>\alpha</math></b>		<b>Fe K<math>\alpha</math></b>		<b>Cu K<math>\alpha</math></b>		<b>Mo K<math>\alpha</math></b>		<b>Ag K<math>\alpha</math></b>	
	$\Delta f'$	$\Delta f''$	$\Delta f'$	$\Delta f''$	$\Delta f'$	$\Delta f''$	$\Delta f'$	$\Delta f''$	$\Delta f'$	$\Delta f''$
<b>F</b>	0.129	0.119	0.100	0.085	0.069	0.053	0.014	0.010	0.006	0.006
<b>Ca</b>	-0.221	2.514	0.163	1.904	0.341	1.286	0.203	0.306	0.137	0.193

Tableau AIV.4 : classification des différentes valeurs des paramètres de dispersion selon les raies d'émission<sup>[98]</sup>.

Les coefficients utilisés pour les différentes raies d'émission sont représentés dans le tableau ci-dessus (Tableau AIV.4). Dans le cas de notre étude, c'est la raie CuK $\alpha$  que nous utilisons.

### 3.3. Le facteur de température $f_t$

Les calculs précédents ont été faits dans l'hypothèse que les atomes étaient immobiles et occupaient les positions définies par la structure du cristal. En réalité, il n'en est rien puisqu'ils sont animés de mouvement d'oscillations autour d'une position moyenne par suite d'agitation thermique<sup>[90], [98]</sup>. Le facteur de diffusion atomique complexe (Équation AIV.3) est alors complété par un coefficient particulier (Équation AIV.4)<sup>[92], [93], [98], [99]</sup> :

$$f_t\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right) = f_c\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right) \times e^{-B\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right)^2}$$

Équation AIV.4

Le terme multiplicatif est appelée facteur de Debye-Waller, et les valeurs du coefficient B, pour le calcium et pour le fluor, sont répertoriées dans le tableau suivant (Tableau AIV.5).

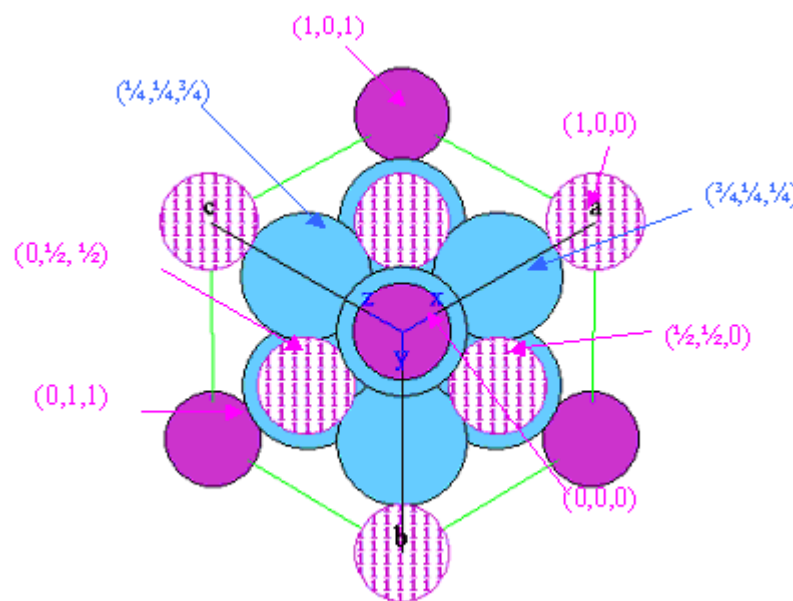
	<b>Ca</b>	<b>F</b>
<b>B (Å<sup>2</sup>)</b>	0.47	0.67

Tableau AIV.5 : valeurs du coefficient B du facteur de température des atomes constituant la fluorine.

Cette nouvelle expression du facteur de diffusion atomique montre que la présence de l'agitation thermique a pour effet de diminuer l'intensité des pics de Bragg. Un tel effet se produit chaque fois que des atomes sont déplacés par rapport à leur position normale par suite d'imperfections cristallines.

### 3.4. Le facteur de structure F

Dans les structures cristallines, les atomes sont placés de manière ordonnée dans les mailles élémentaires (*Figure AIV.4*)<sup>[91]</sup>. Ces mailles sont ensuite reproduites à l'infini dans les trois directions de l'espace pour créer un cristal. La maille élémentaire est un élément représentatif de toute propriété macroscopique du cristal, elle doit représenter en particulier le comportement du cristal face au phénomène de diffraction. Pour étudier celui-ci, il suffit d'analyser l'amplitude de l'onde diffusée par une maille élémentaire.



*Figure AIV.4: positionnement et coordonnées de quelques atomes de F et de Ca dans la maille élémentaire de  $\text{CaF}_2$  d'orientation [111].*

La disposition des atomes dans une maille a une importance majeure pour l'amplitude de l'onde diffuse ; dans certains cas, elle peut éteindre l'onde par des interférences destructives (déphasage de  $\pi$  entre les ondes diffusées élémentaires). De même, les effets de l'onde à longue distance (occupation préférentielle de certains sites atomiques par des atomes de nature chimique définie) auront une influence majeure sur les ondes diffusées. Ces effets se traduisent par la notion de facteur de structure. Et nous pouvons écrire l'équation (*Équation AIV.5*)<sup>[91], [100]</sup> :

$$F(h, k, l) = \sum_{j=1}^n f_j(h, k, l) \times e^{2i\pi \times (hx_j + ky_j + lz_j)}$$

$f_j$  est le facteur de diffusion atomique complexe de l'atome  $j$  dans la maille élémentaire,  $(x_j, y_j, z_j)$  ses coordonnées dans le repère  $(O, x, y, z)$ , et  $F(h, k, l)$  l'amplitude du rayonnement diffracté par la famille de plans  $\{hkl\}$  du réseau cristallin.

La valeur de  $F$  peut, en outre, être facilement déterminée si la structure du cristal et les éléments le composant sont connus, puisque  $F$  ne dépend que de la nature des atomes dans la maille et de la position relative de ces atomes (Équation AIV.5)<sup>[92], [93]</sup> :

$$F(h, k, l) = F_{Ca}(h, k, l) + F_F(h, k, l)$$

Équation AIV.5

Par conséquent, en se ramenant au cas particulier de la fluorine, il est possible de dénombrer dans la maille élémentaire le nombre d'atomes de chaque composant. Dans le cas présent la maille élémentaire contient 4 atomes de calcium et 8 atomes de fluor (Figure AIV.4). Les positions de tous les atomes de fluor (notés  $F_1$  à  $F_4$ ) et de tous les atomes de calcium (notés  $Ca_1$  à  $Ca_8$ ) de la maille élémentaire dans le repère  $(O, x, y, z)$  sont décrits dans le tableau ci-dessous (Tableau AIV.6).

	Coordonnées		
	x	y	z
<b>F<sub>1</sub></b>	0	0	0
<b>F<sub>2</sub></b>	0	½	½
<b>F<sub>3</sub></b>	½	0	½
<b>F<sub>4</sub></b>	½	½	0
<b>Ca<sub>1</sub></b>	¼	¼	¼
<b>Ca<sub>2</sub></b>	¼	¼	¾
<b>Ca<sub>3</sub></b>	¼	¾	¼
<b>Ca<sub>4</sub></b>	¾	¼	¼
<b>Ca<sub>5</sub></b>	¼	¾	¾
<b>Ca<sub>6</sub></b>	¾	¼	¾
<b>Ca<sub>7</sub></b>	¾	¾	¼
<b>Ca<sub>8</sub></b>	¾	¾	¾

Tableau AIV.6 : coordonnées des atomes de fluor et de calcium dans la maille élémentaire.



Il est alors envisageable de calculer le facteur de structure indépendamment pour chaque atome et en tenant compte de leur multiplicité dans la maille élémentaire (Équation AIV.6) <sup>[92]</sup>, <sup>[101]</sup>, <sup>[96]</sup> :

$$F_{Ca}(h, k, l) = \sum_{j=1}^4 f_{Ca_j}(h, k, l) \times e^{2i\pi \times (h \times x_j + k \times y_j + l \times z_j)} + \sum_{j=1}^8 f_{F_j}(h, k, l) \times e^{2i\pi \times (h \times x_j + k \times y_j + l \times z_j)}$$

Équation AIV.6

Les différents facteurs de diffusion atomique ainsi que le facteur de structure sont calculés dans le cas particulier de la fluorine dans les tableaux ci-après (Tableau AIV.7 et Tableau AIV.8).

Orientation	fs	fc	ft
<b>111</b>	7.791788603	7.860788603+0.053i	7.729561232+0.05211522228i
<b>220</b>	5.774893029	5.843893029+0.053i	5.587343800+0.0506732789i
<b>311</b>	5.012274560	5.081274560+0.053i	4.777075078+0.04982706133i
<b>400</b>	4.120956300	4.189956300+0.053i	3.830125976+0.04844839950i
<b>422</b>	3.245695133	3.314695133+0.053i	2.897023227+0.04632167510i

Tableau AIV.7 : valeurs des facteurs de diffusion atomique simple, complexe et de température de F

Orientation	fs	fc	ft
<b>111</b>	15.54948828	15.89048828+1.286i	15.70393313+1.270902294i
<b>220</b>	12.77905512	13.12005512+1.286i	12.71331349+1.246132047i
<b>311</b>	11.62892943	11.96992943+1.286i	11.46262692+1.231497505i
<b>400</b>	10.24868741	10.58968741+1.286i	9.943228791+1.207494776i
<b>422</b>	8.88504157	9.22604157+1.286i	8.394290153+1.170063787i

Tableau AIV.8 : valeurs des facteurs de diffusion atomique simple, complexe et de température de Ca<sup>2+</sup>

L'intensité du faisceau diffracté est proportionnelle au carré de l'amplitude, c'est-à-dire au carré du module de F. En outre, F dépend de l'origine choisie pour la maille du réseau, puisqu'il contient les coordonnées (x<sub>j</sub>, y<sub>j</sub>, z<sub>j</sub>), mais son module n'en dépend pas. Seules interviennent dans |F|<sup>2</sup> les distances mutuelles entre les atomes du motif. L'intensité diffractée n'est donc pas liée au choix de la maille. C'est tout naturellement que nous avons privilégié les valeurs du carré du module de F dans le tableau suivant (Tableau AIV.9).

<b>Orientation</b>	<b>111</b>	<b>220</b>	<b>311</b>	<b>400</b>	<b>422</b>
<b><math> F ^2</math> calculé</b>	955.98	15493.44	365.21	9097.36	6291.66
<b><math> F ^2</math> simulé</b>	855.38	15289.16	364.81	9117.79	6372.94

Tableau AIV.9 : facteur de structure calculé et facteur de structure obtenu d'après un logiciel de calcul .

Les valeurs calculées, obtenues d'après les données des facteurs de diffusion atomique et des divers paramètres, seront conservées et utilisées dans la suite du document.

#### 4. Comparaison des différentes valeurs des facteurs de diffusion atomique obtenues à partir des tables et calculées

##### 4.1. Valeurs du facteur de diffusion atomique simple $f_s$ d'après différentes origines dans le cas de l'ion fluor

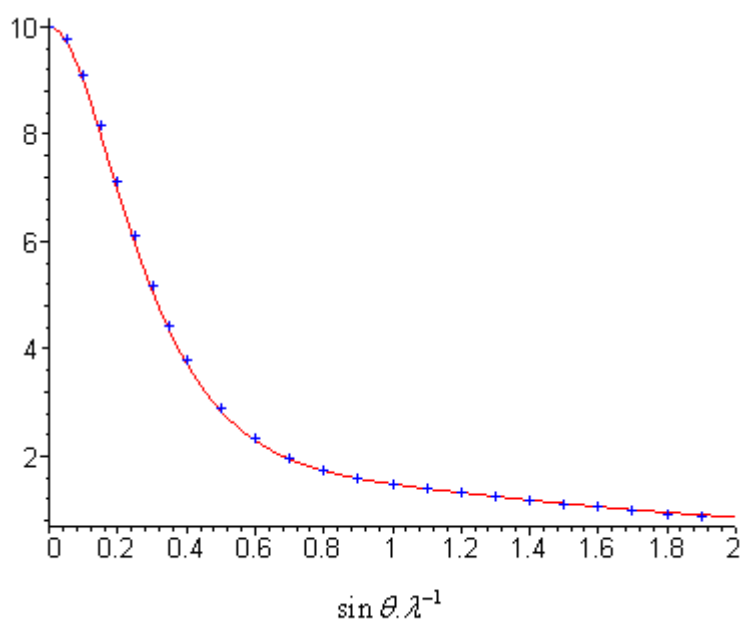
$\lambda^{-1} \times \sin \theta$ ( $\text{\AA}^{-1}$ )	fs						
	$F_c$ <sup>[93]</sup>	$ F_s - F_c $	$F_3$ <sup>[99]</sup>	$ F_s - F_3 $	$F_4$ <sup>[95]</sup>	$ F_s - F_4 $	$F_s$ <sup>[98]</sup>
0.00	10.0	0.002	10.0	0.002	10.000	0.002	9.998
0.01					9.988	0.002	9.986
0.02					9.953	0.002	9.951
0.03					9.895	0.001	9.894
0.04					9.816	0.000	9.816
0.05			9.763	0.047	9.716	0.001	9.717
0.06					9.597	0.001	9.598
0.07					9.461	0.002	9.463
0.08					9.309	0.002	9.311
0.09					9.144	0.002	9.146
0.10	8.7	0.269	9.108	0.139	8.967	0.002	8.969
0.11					8.781	0.001	8.782
0.12					8.586	0.001	8.587
0.13					8.386	0.000	8.386

## Annexe IV

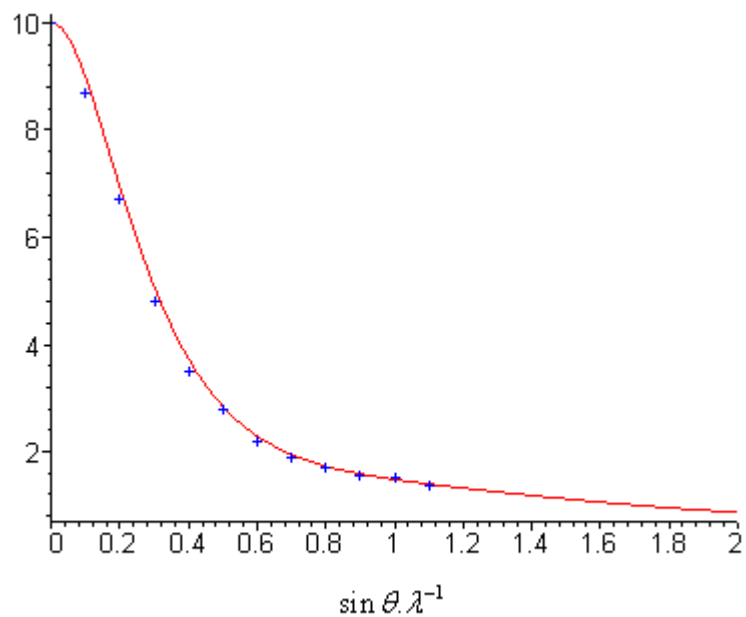
0.14					8.181	0.001	8.180
0.15			8.174	0.203	7.973	0.002	7.971
0.16					7.762	0.002	7.760
0.17					7.551	0.002	7.549
0.18					7.341	0.003	7.338
0.19					7.131	0.002	7.129
0.20	6.7	0.222	7.126	0.204	6.924	0.002	6.922
0.22					6.517	0.01	6.516
0.24					6.126	0.000	6.126
0.25			6.103	0.165	5.937	0.001	5.938
0.26					5.753	0.001	5.754
0.28					5.399	0.002	5.401
0.30	4.8	0.269	5.188	0.119	5.067	0.002	5.069
0.32					4.756	0.002	4.758
0.34					4.467	0.001	4.468
0.35			4.416	0.085	4.330	0.001	4.331
0.36					4.199	0.000	4.199
0.38					3.951	0.001	3.950
0.40	3.5	0.222	3.786	0.064	3.724	0.002	3.722
0.42					3.514	0.002	3.512
0.44					3.322	0.001	3.321
0.45					3.233	0.002	3.231
0.46					3.147	0.001	3.146
0.48					2.987	0.001	2.986
0.50	2.8	0.041	2.885	0.044	2.841	0.000	2.841
0.55					2.531	0.002	2.533
0.60	2.2	0.089	2.323	0.034	2.288	0.001	2.289
0.65					2.096	0.001	2.097
0.70	1.9	0.045	1.972	0.027	1.945	0.000	1.945
0.80	1.7	0.028	1.747	0.019	1.729	0.001	1.728
0.90	1.55	0.030	1.596	0.011	1.585	0.000	1.585
1.00	1.5	0.018	1.486	0.004	1.481	0.001	1.482

1.10	1.35	0.048	1.399	0.001	1.397	0.001	1.398
1.20			1.322	0.000	1.322	0.000	1.322
1.30			1.252	0.001	1.252	0.001	1.251
1.40			1.183	0.000	1.184	0.001	1.183
1.50			1.117	0.002	1.117	0.002	1.119
1.60			1.05	0.010			1.060
1.70			0.988	0.017			1.005
1.80			0.926	0.028			0.954
1.90			0.866	0.043			0.909
2.00							0.868

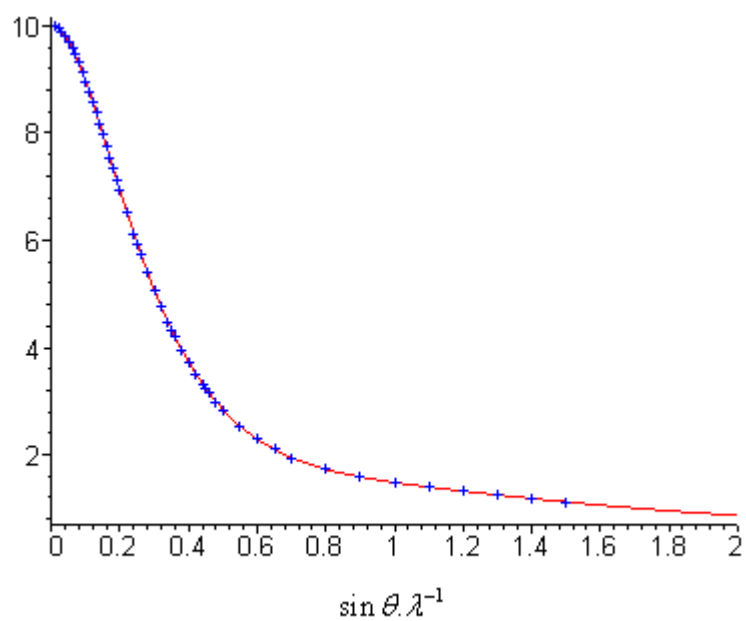
Tableau AIV.10 : comparaison des différentes valeurs du facteur de diffusion atomique de l'ion  $F^-$



Graphique AIV.2 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables III (en bleu) de l'ion fluor



Graphique AIV.3 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables de Cullity (en bleu) de l'ion fluor



Graphique AIV.4 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables IV (en bleu) de l'ion fluor

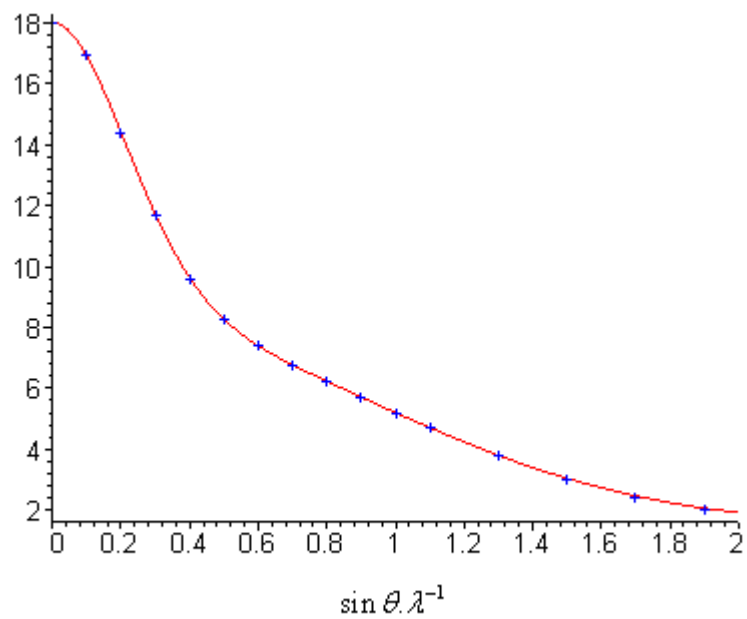
## 4.2. Valeurs du facteur de diffusion atomique simple $f_s$ d'après différentes origines dans le cas de l'ion calcium

$\lambda^{-1} \times \sin \theta$ ( $\text{\AA}^{-1}$ )	$f_s$						
	$\text{Ca}^{2+}_c$ [93]	$ \text{Ca}^{2+}_c - \text{Ca}^{2+}_s $	$\text{Ca}^{2+}_3$ [99]	$ \text{Ca}^{2+}_3 - \text{Ca}^{2+}_s $	$\text{Ca}^{2+}_4$ [95]	$ \text{Ca}^{2+}_4 - \text{Ca}^{2+}_s $	$\text{Ca}^{2+}_s$ [98]
0.00	18	0.003	18	0.003	18.000	0.003	18.003
0.01					17.989	0.002	17.991
0.02					17.955	0.002	17.957
0.03					17.899	0.002	17.901
0.04					17.821	0.001	17.822
0.05					17.721	0.001	17.722
0.06					17.601	0.001	17.602
0.07					17.462	0.000	17.462
0.08					17.303	0.000	17.303
0.09					17.127	0.001	17.126
0.10	16.8	0.133	16.93	0.003	16.935	0.002	16.933
0.11					16.727	0.002	16.725
0.12					16.506	0.002	16.504
0.13					16.272	0.002	16.270
0.14					16.028	0.002	16.026
0.15					15.774	0.002	15.772
0.16					15.512	0.002	15.510
0.17					15.244	0.002	15.242
0.18					14.970	0.001	14.969
0.19					14.692	0.000	14.692
0.20	14.0	0.412	14.40	0.012	14.412	0.000	14.412
0.22					13.850	0.001	13.851
0.24					13.292	0.002	13.294
0.25					13.017	0.002	13.019
0.26					12.745	0.003	12.748
0.28					12.217	0.004	12.221

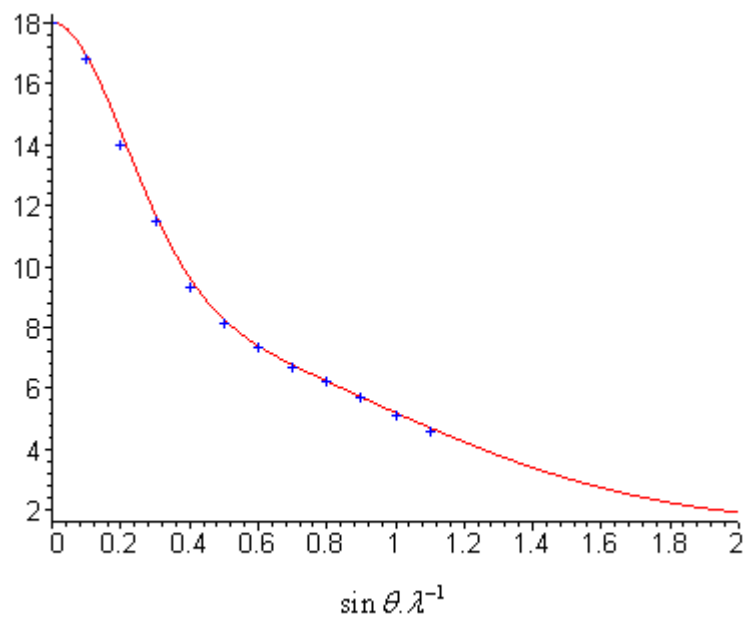
## Annexe IV

0.30	11.5	0.216	11.70	0.016	11.713	0.003	11.716
0.32					11.235	0.003	11.238
0.34					10.787	0.001	10.788
0.35					10.575	0.000	10.575
0.36					10.370	0.000	10.370
0.38					9.984	0.002	9.982
0.40	9.3	0.326	9.6	0.026	9.629	0.003	9.626
0.42					9.303	0.004	9.299
0.44					9.006	0.005	9.001
0.45					8.867	0.004	8.863
0.46					8.734	0.004	8.730
0.48					8.487	0.003	8.484
0.50	8.1	0.160	8.25	0.010	8.262	0.002	8.260
0.55					7.781	0.001	7.782
0.60	7.35	0.044	7.38	0.014	7.389	0.005	7.394
0.65					7.058	0.007	7.065
0.70	6.7	0.071	6.75	0.021	6.764	0.007	6.771
0.80	6.2	0.031	6.22	0.011	6.231	0.000	6.231
0.90	5.7	0.012	5.70	0.012	5.719	0.007	5.712
1.00	5.1	0.102	5.18	0.022	5.209	0.007	5.202
1.10	4.6	0.107	4.68	0.027	4.710	0.003	4.707
1.20					4.232	0.004	4.236
1.30			3.77	0.028	3.790	0.008	3.798
1.40					3.390	0.009	3.399
1.50			3.03	0.013	3.038	0.005	3.043
1.60					2.732	0.000	2.732
1.70			2.44	0.026	2.470	0.004	2.466
1.80					2.250	0.005	2.245
1.90			2.03	0.036	2.064	0.002	2.066
2.00					1.909	0.015	1.926

Tableau AIV.11 : comparaison des différentes valeurs du facteur de diffusion atomique de l'ion  $Ca^{2+}$ .

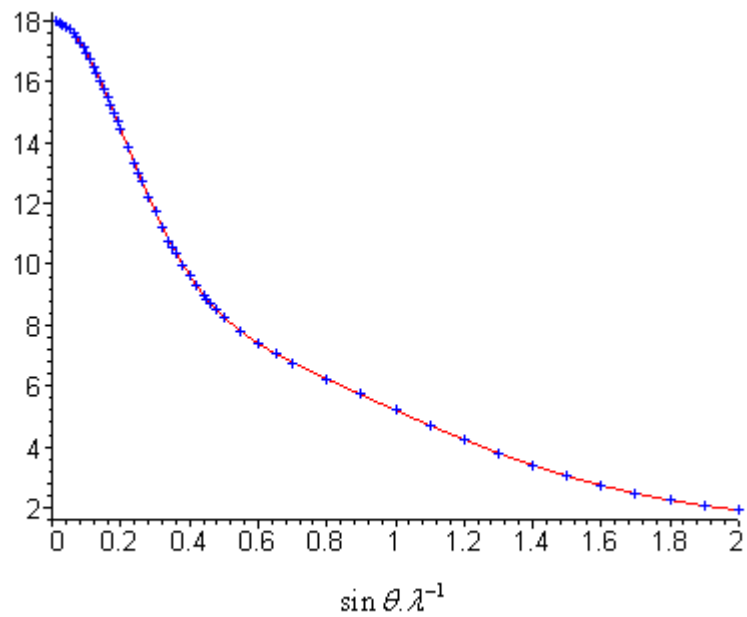


Graphique AIV.5 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables III (en bleu) de l'ion calcium



Graphique AIV.6 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables de Cullity (en bleu) de l'ion calcium





Graphique AIV.7 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables IV (en bleu) de l'ion calcium

## 5. Les différents effets instrumentaux calculés pour 5 orientations cristallographiques particulières

### 5.1. Domaine de variation des divers paramètres

Les différents paramètres et leurs valeurs usuelles régissant les effets instrumentaux sont présentés dans le tableau ci-dessous (*Tableau AIV.12*).

Quelques paramètres calculés pour les valeurs ...	... optimales (courbes rouges)	... intermédiaires (courbes bleues)	... les moins performantes (courbes vertes)
Taille des cristallites (T en Å)	10000	1000	100
Rayon du diffractomètre (R en mm)	300		
Largeur de fente (Wr en mm)	0.2	1.0	2.0
Atténuation ( $\mu$ en $\text{cm}^{-1}$ )	304.472		
Longueur de fente (Lr en mm)	0.2	1.0	2.0
Divergence ( $\beta$ en $^\circ$ ) dépendant de Lr	$\approx 0.079$	$\approx 0.3934$	$\approx 0.788$
Angle de divergence équatoriale ( $\alpha$ en $^\circ$ )	0.01	0.1	0.2
Largeur du tube (Wt en mm)	0.04		
Inclinaison de l'échantillon (t en mm)	0.01	0.05	0.1
Distance source/échantillon-distance échantillon/fente de réception  ( $\delta R$ en mm)	0.1		

Tableau AIV.12 : différentes valeurs des paramètres utilisés pour la simulation des courbes.

Les différents effets instrumentaux sont calculés pour les cinq orientations particulières 111, 220, 311, 400 et 422 du cristal de fluorine.

## 5.2. Les différents effets instrumentaux calculés avec les valeurs optimales des paramètres de simulation

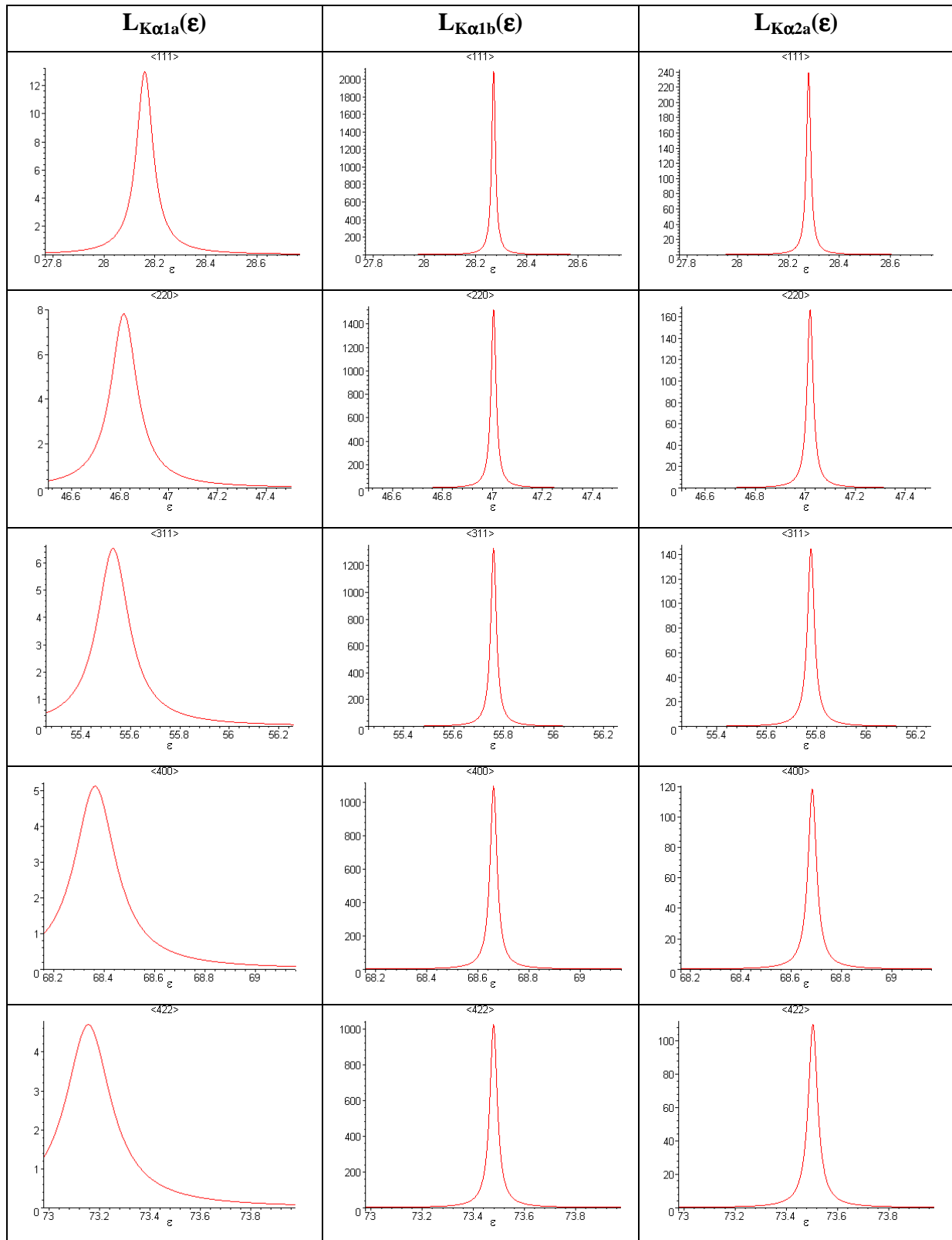


Tableau AIV.13 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

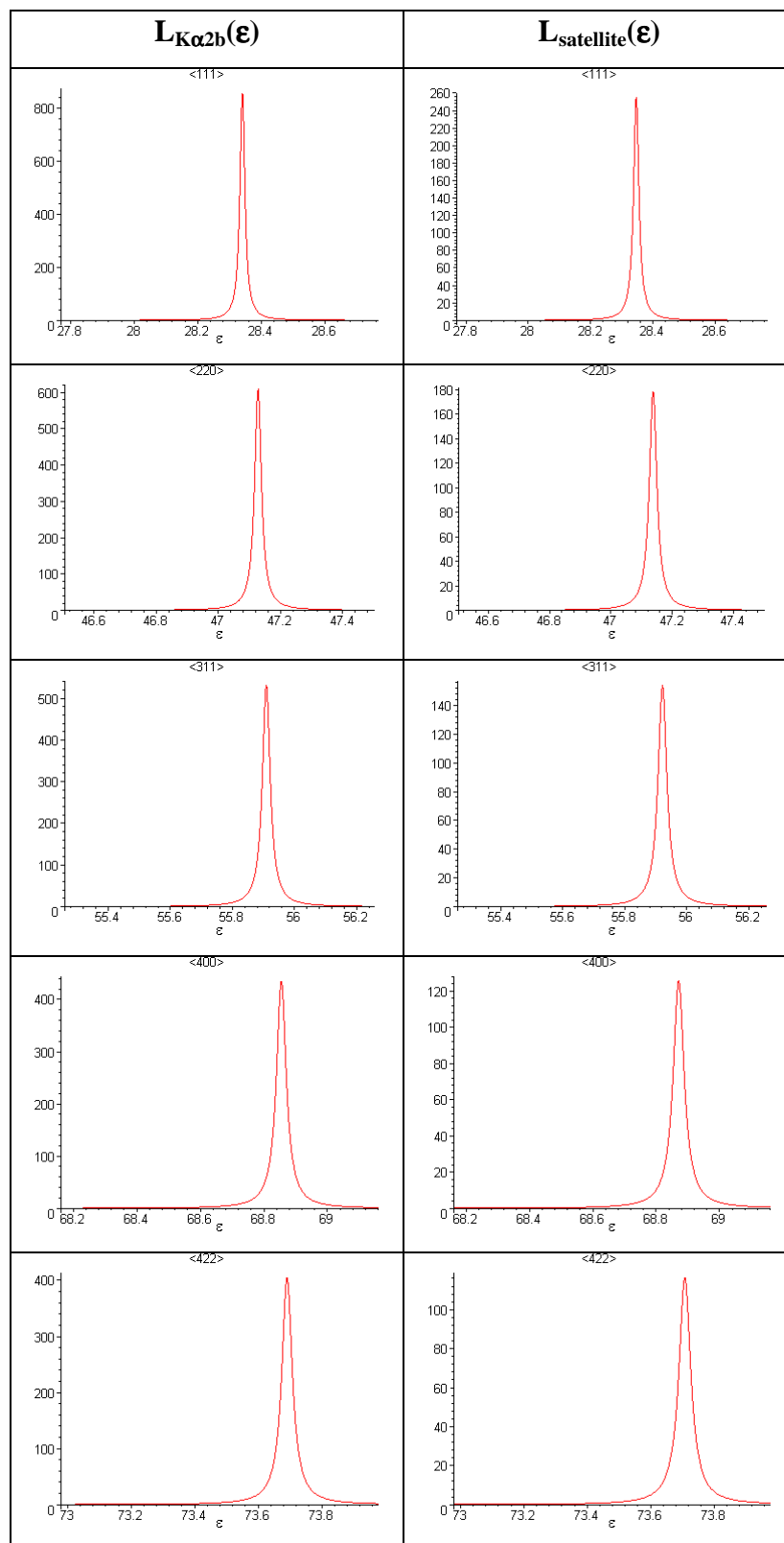


Tableau AIV.14 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

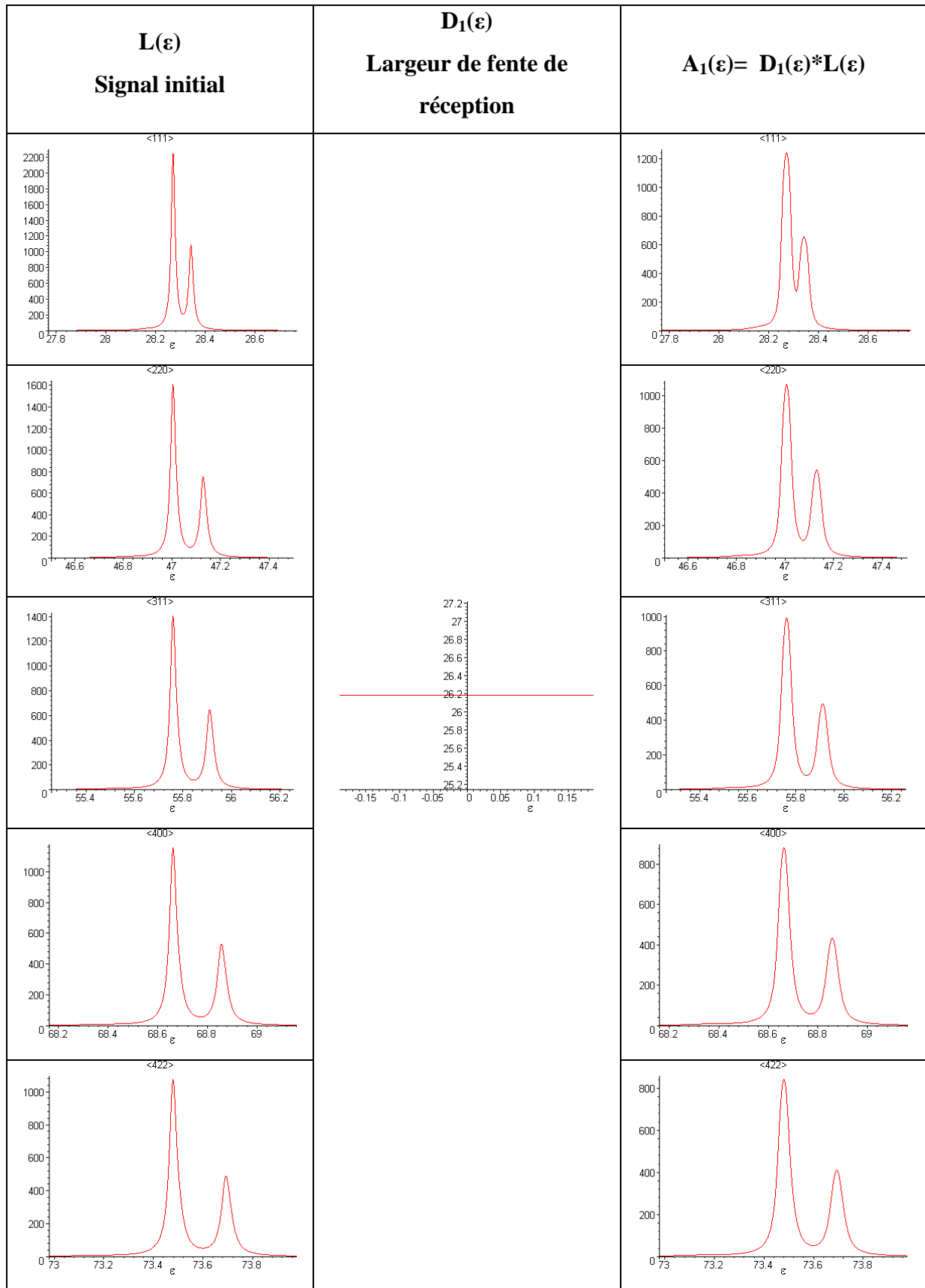


Tableau AIV.15 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

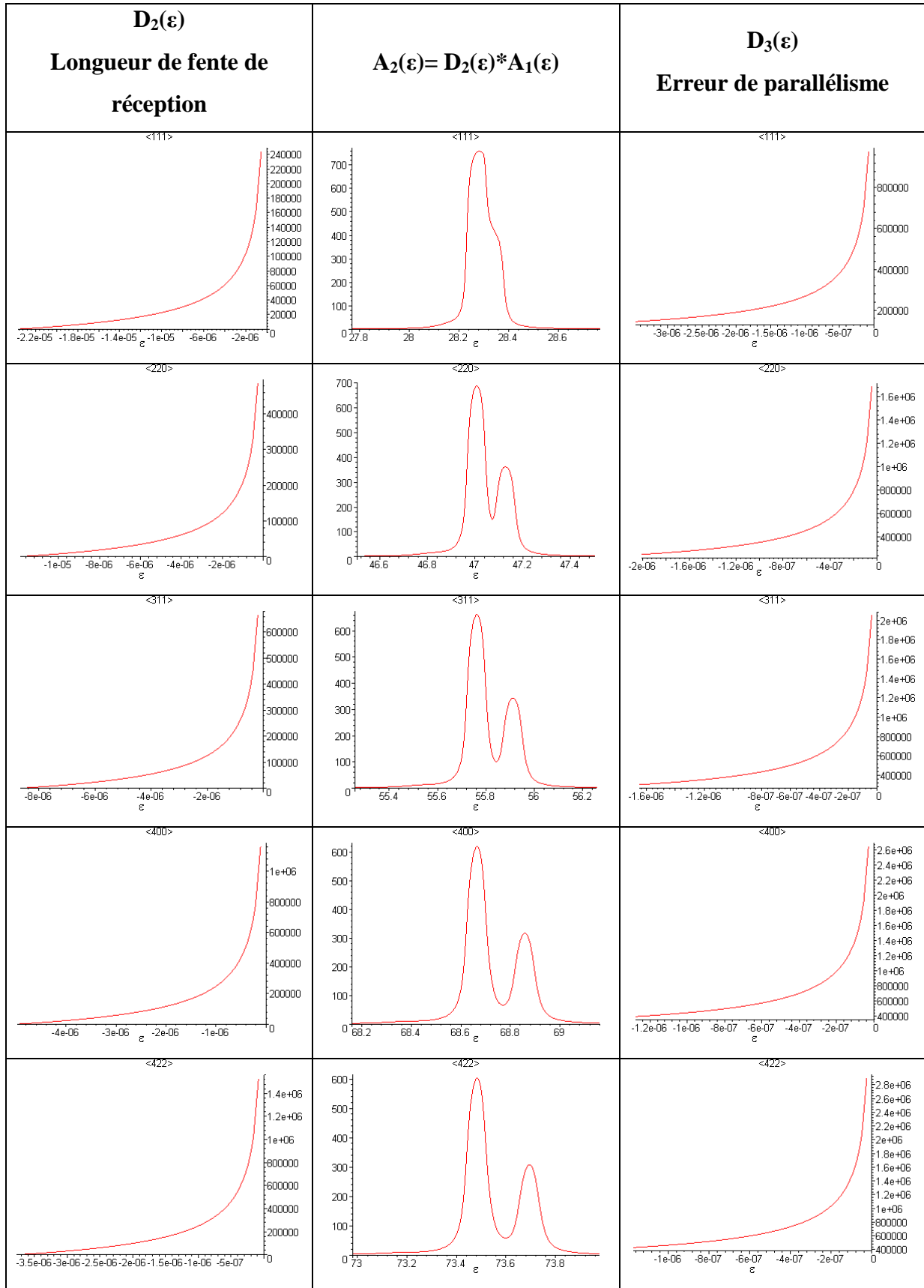


Tableau AIV.16 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

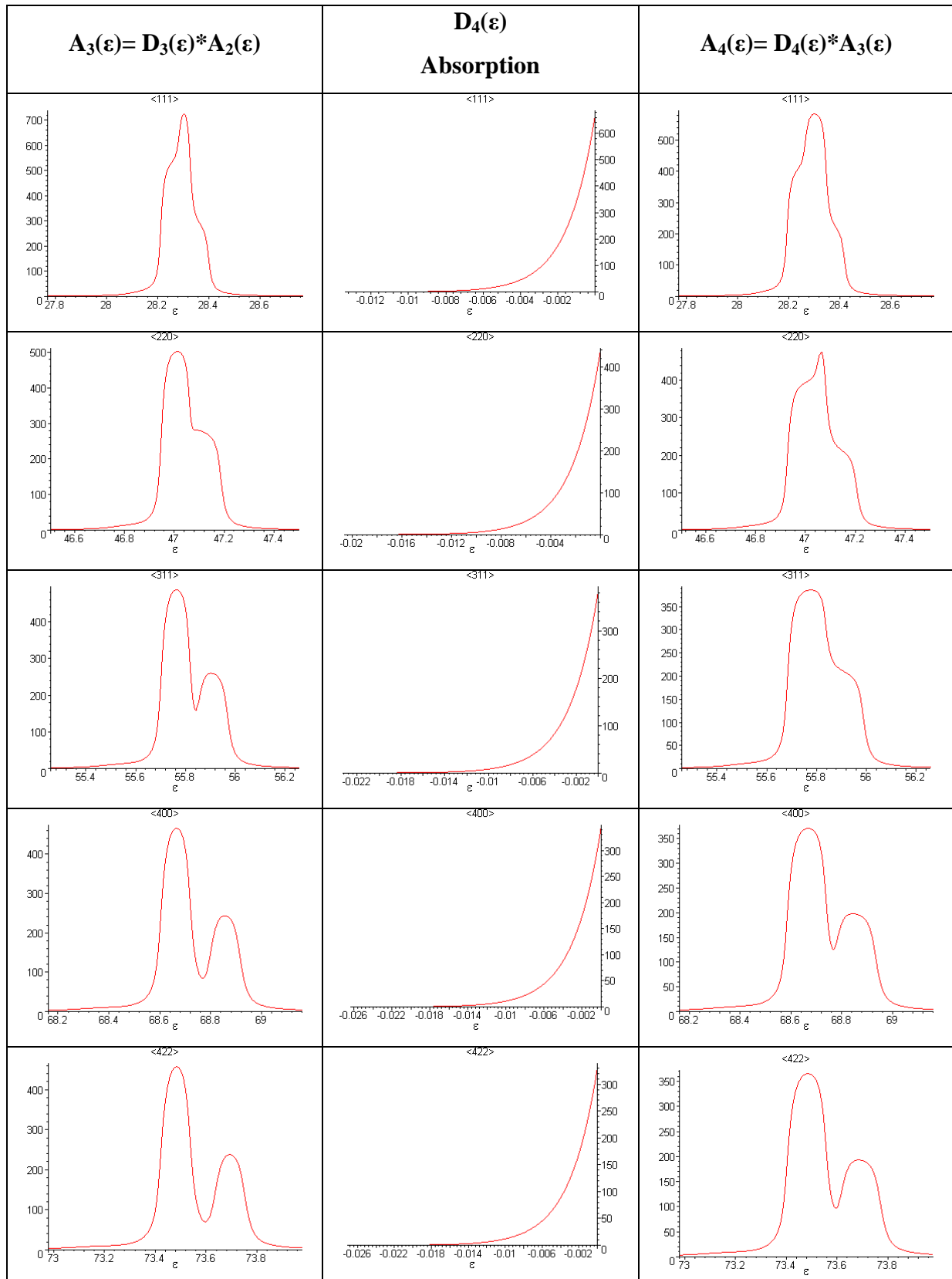


Tableau AIV.17 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

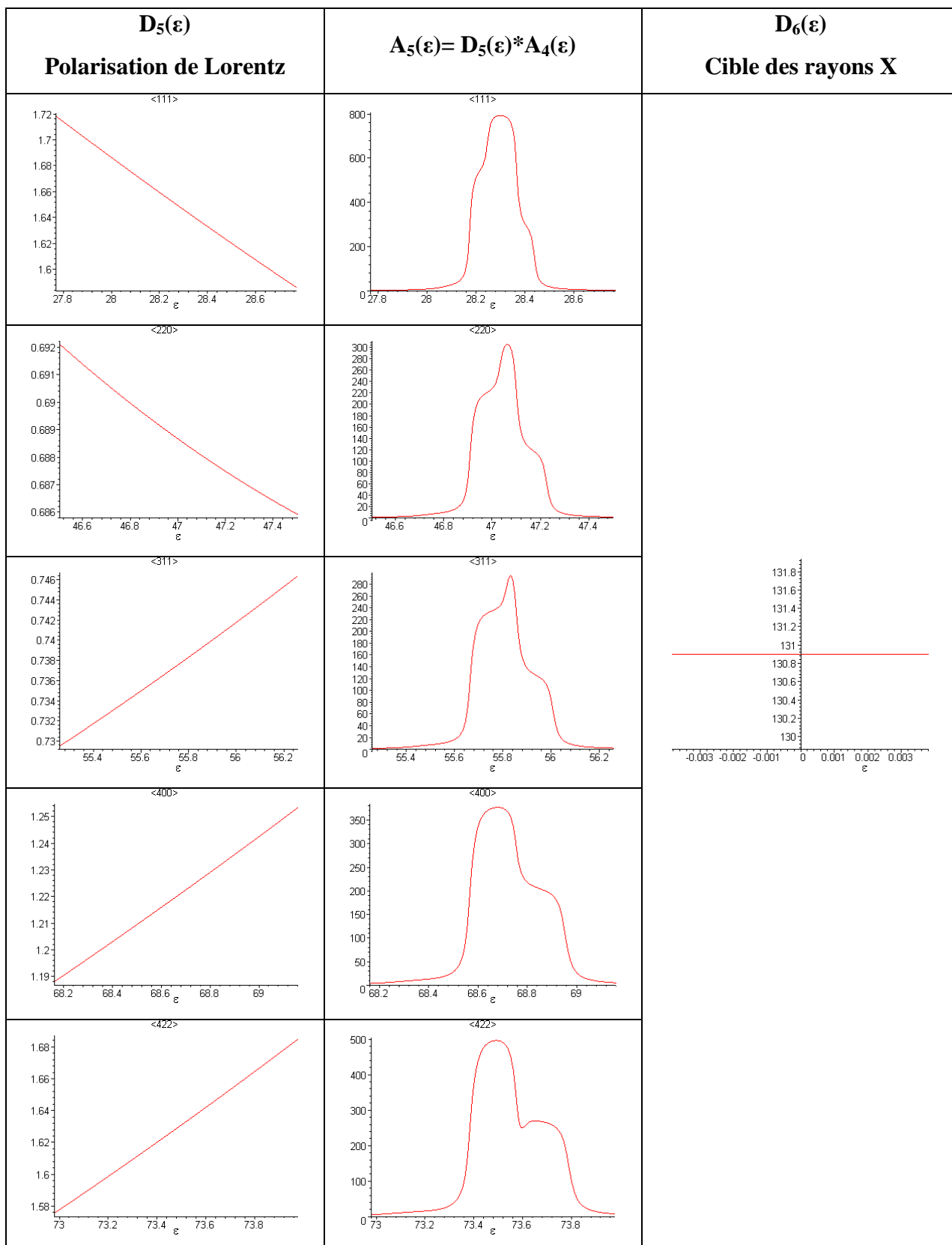


Tableau AIV.18 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.



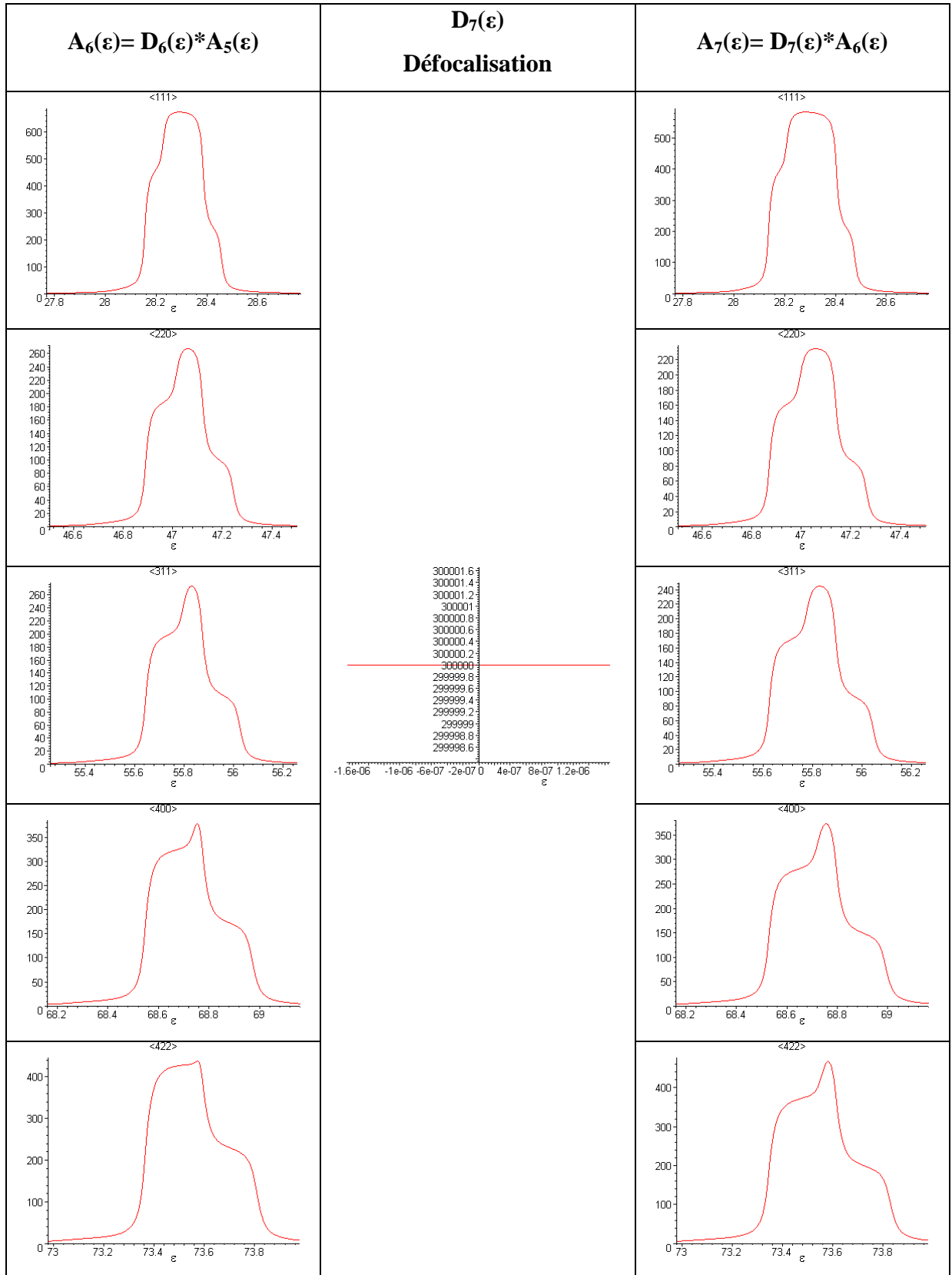


Tableau AIV.19 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

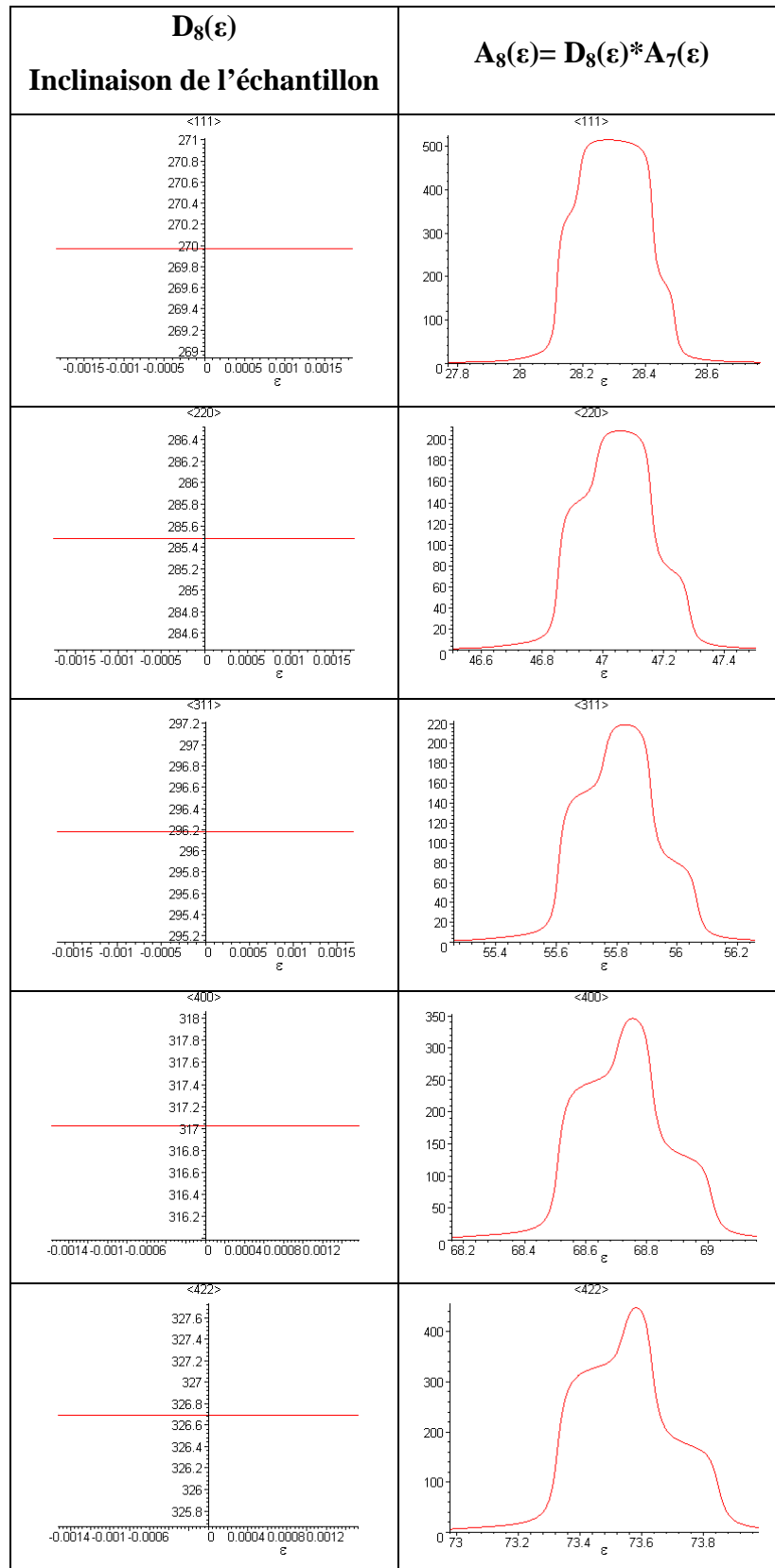


Tableau AIV.20 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

### 5.3. Les différents effets instrumentaux calculés avec les valeurs intermédiaires des paramètres de simulation

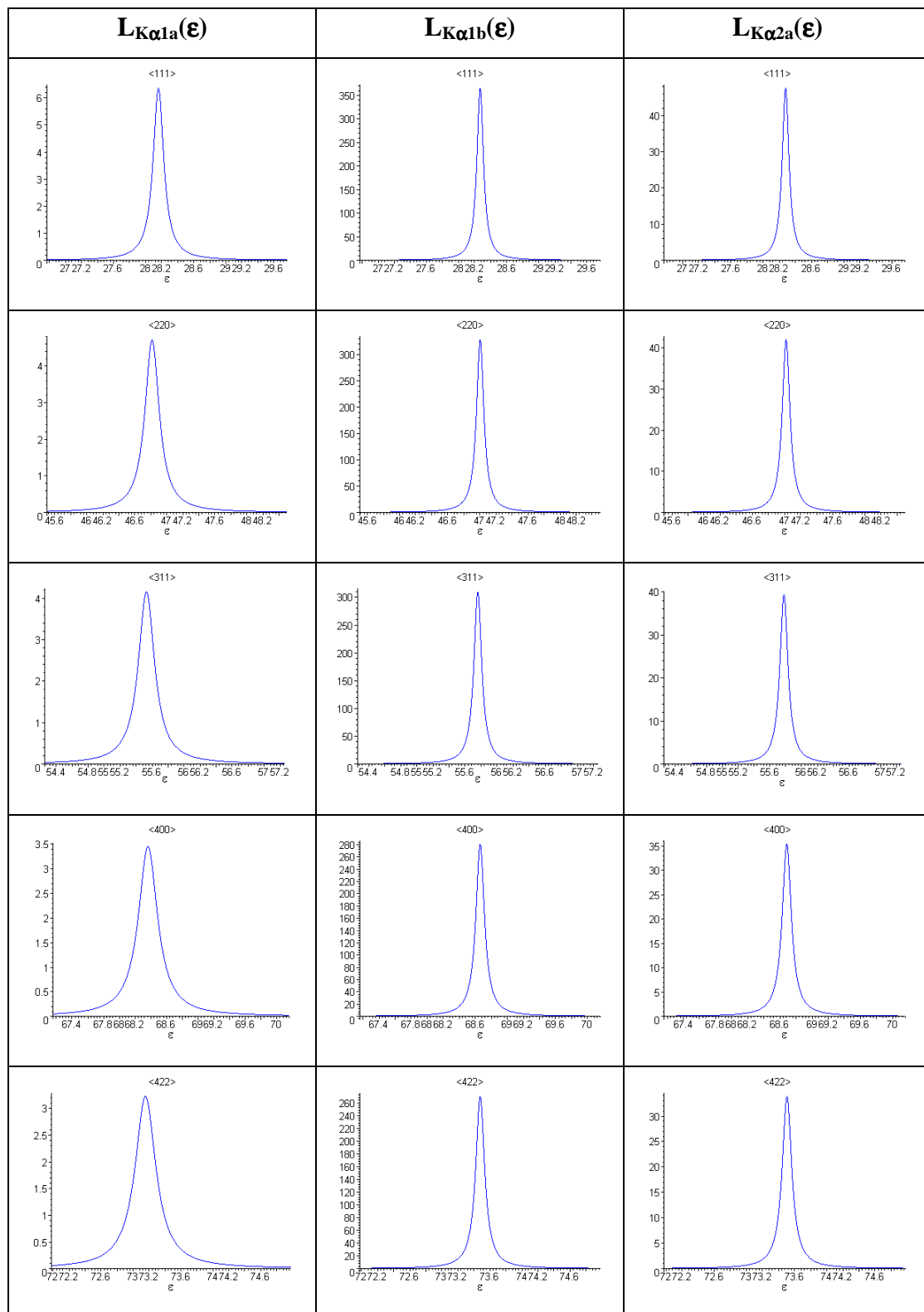


Tableau AIV.21 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

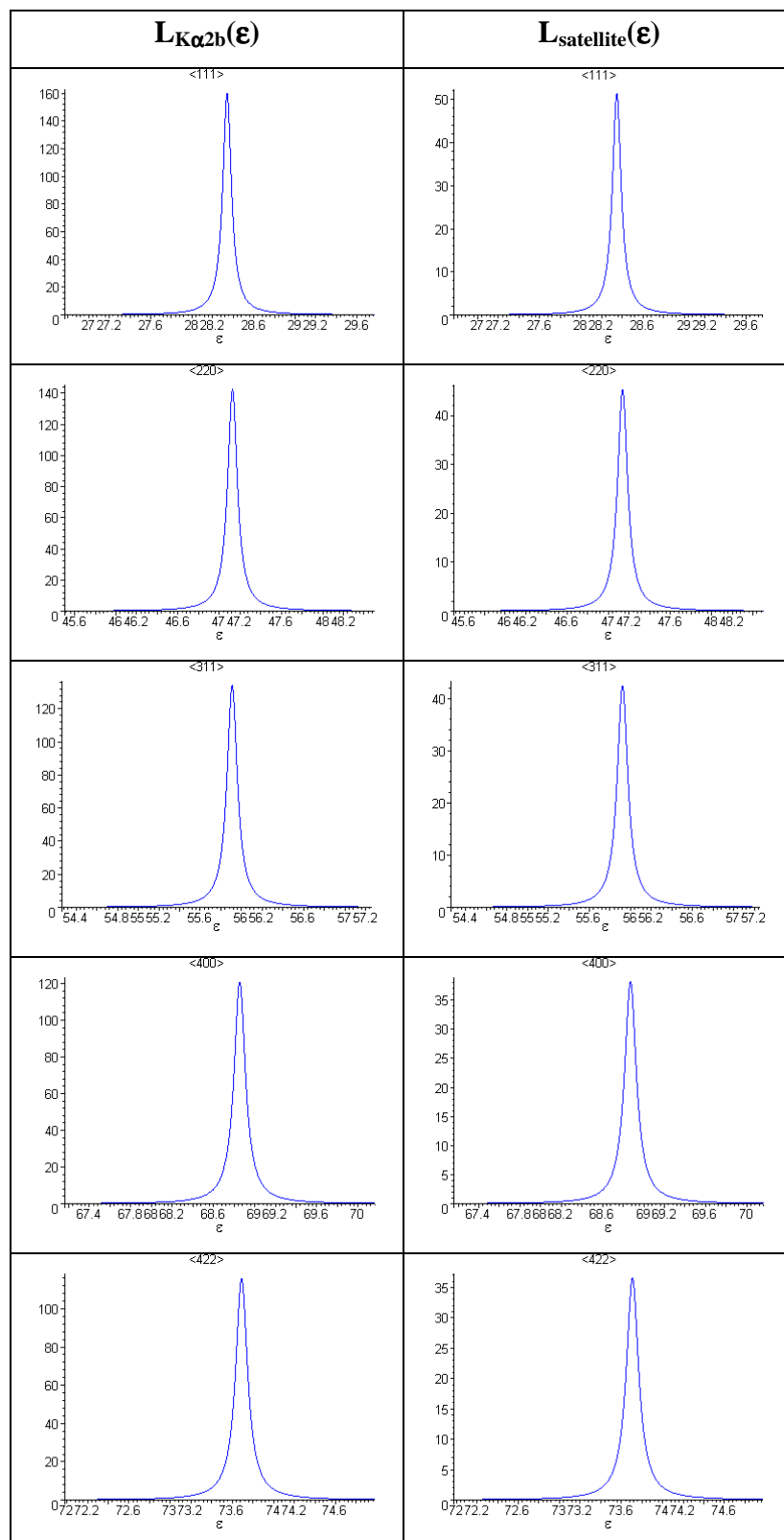


Tableau AIV.22 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

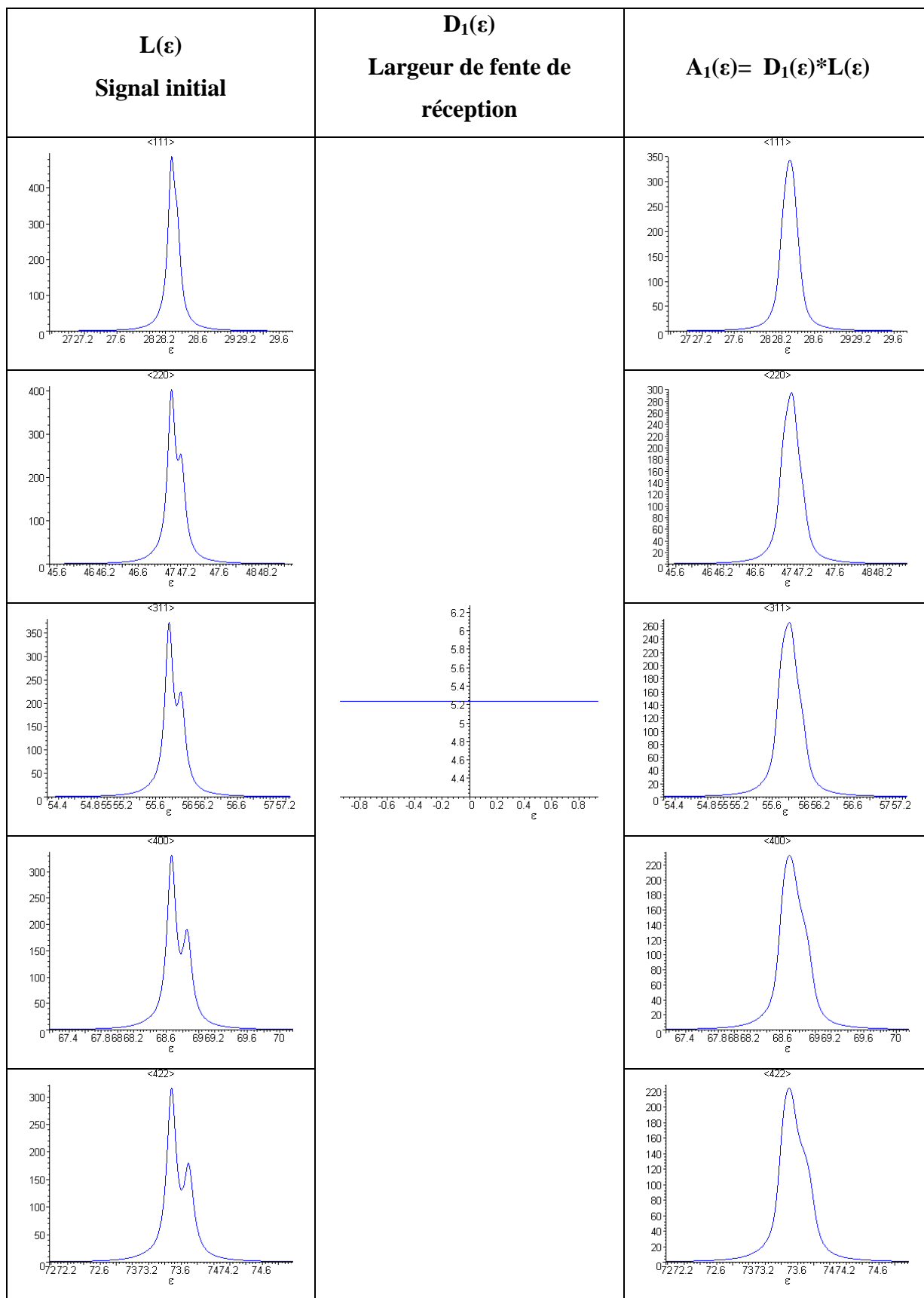


Tableau AIV.23 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

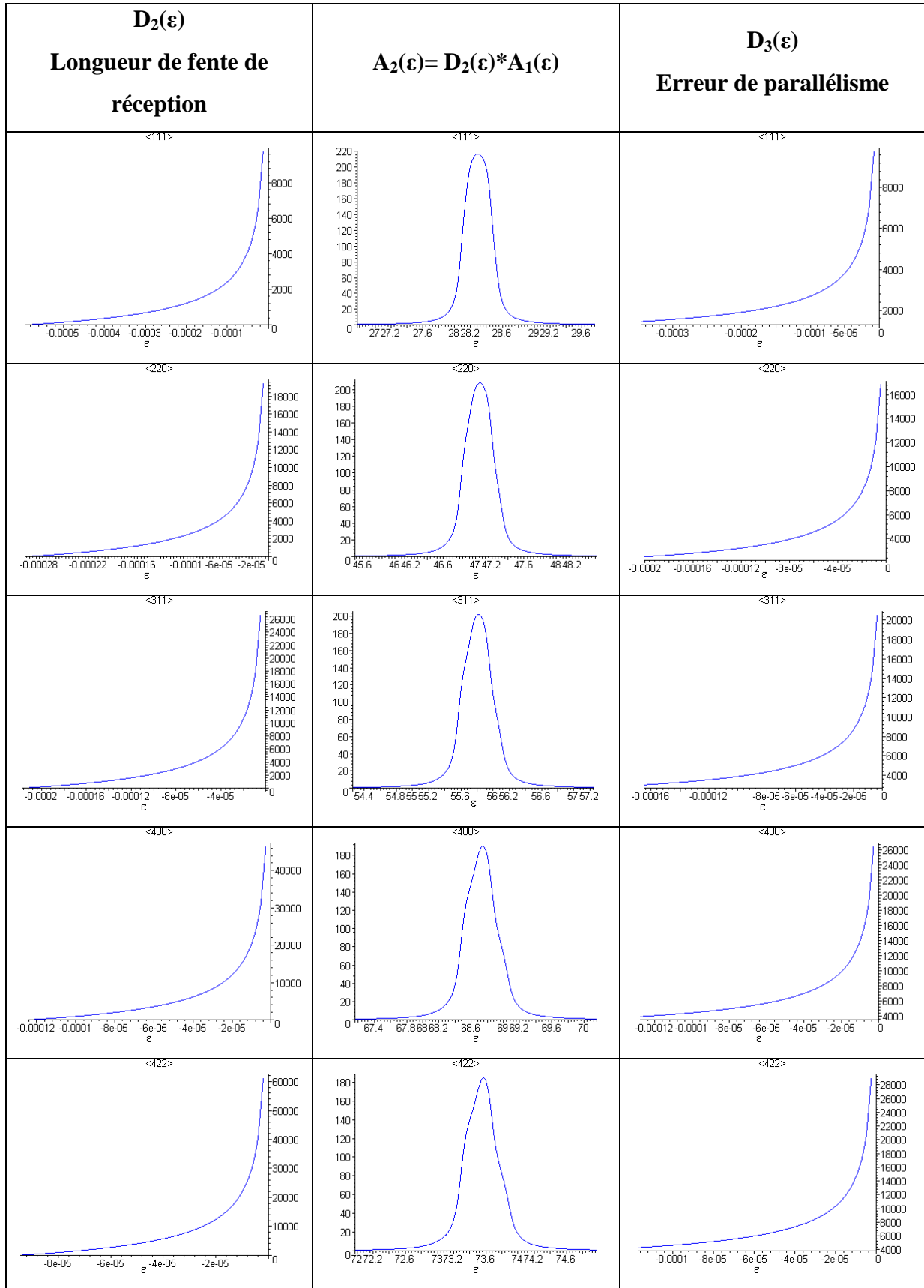


Tableau AIV.24 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

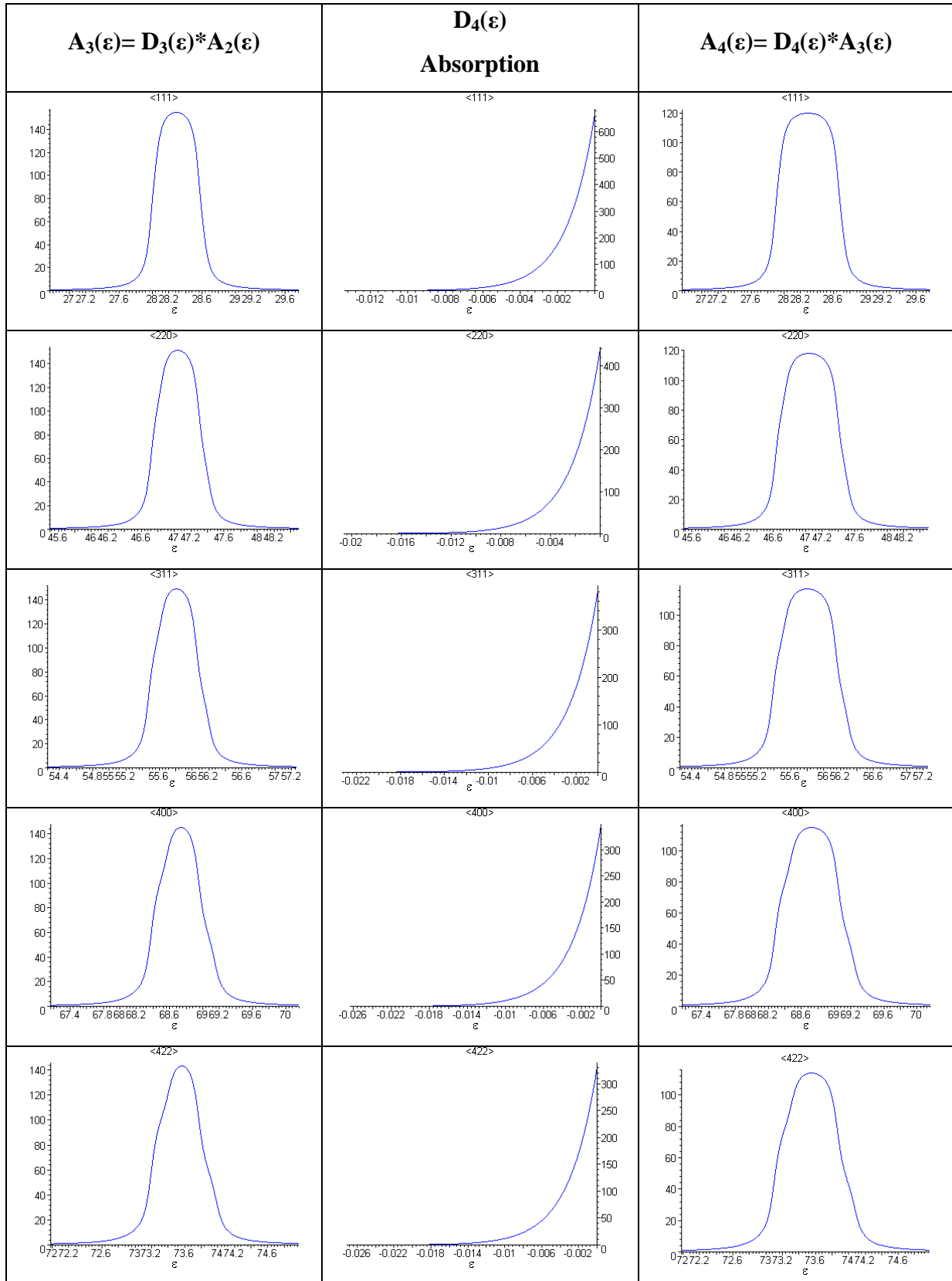


Tableau AIV.25 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

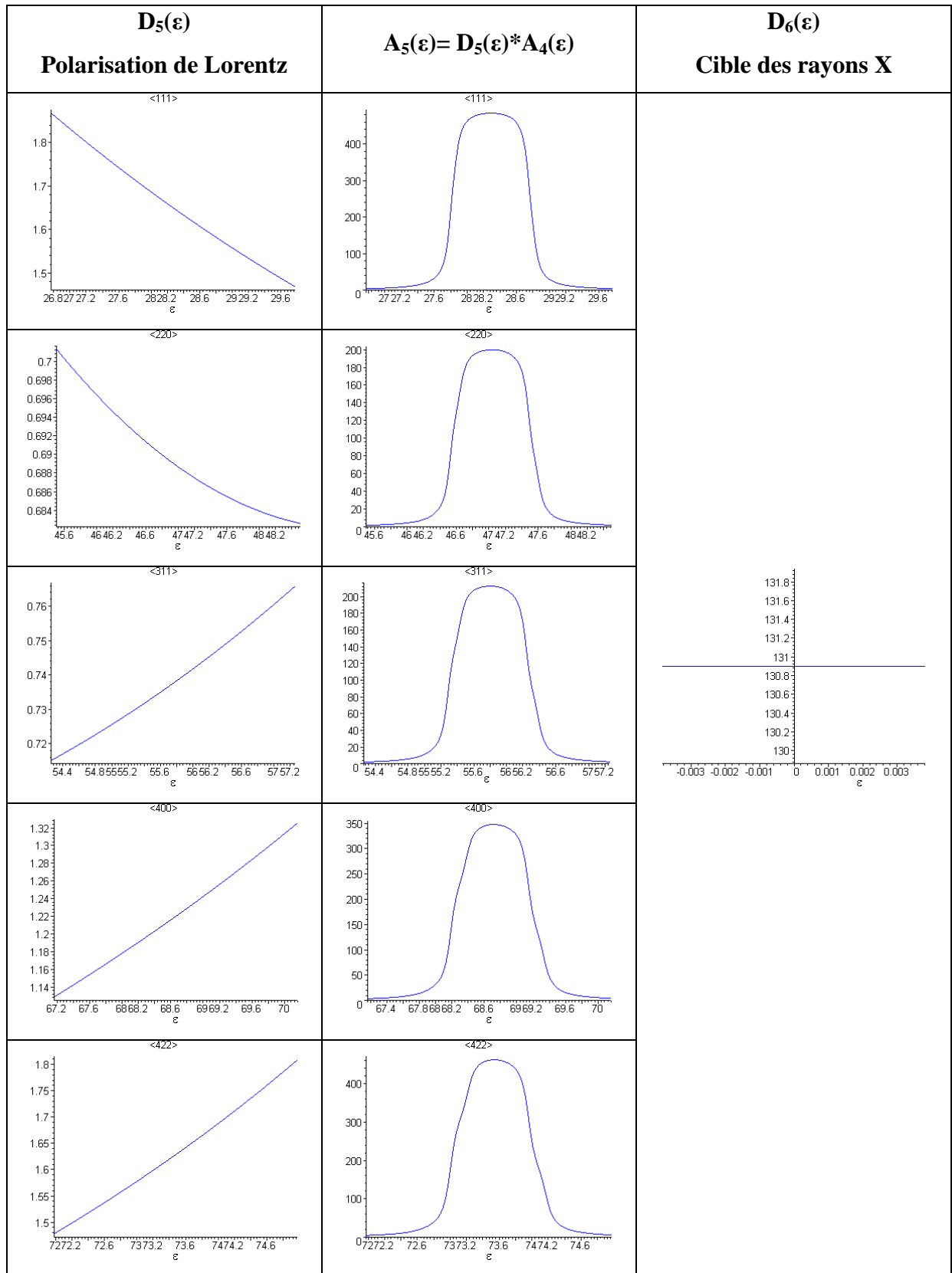


Tableau AIV.26 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.



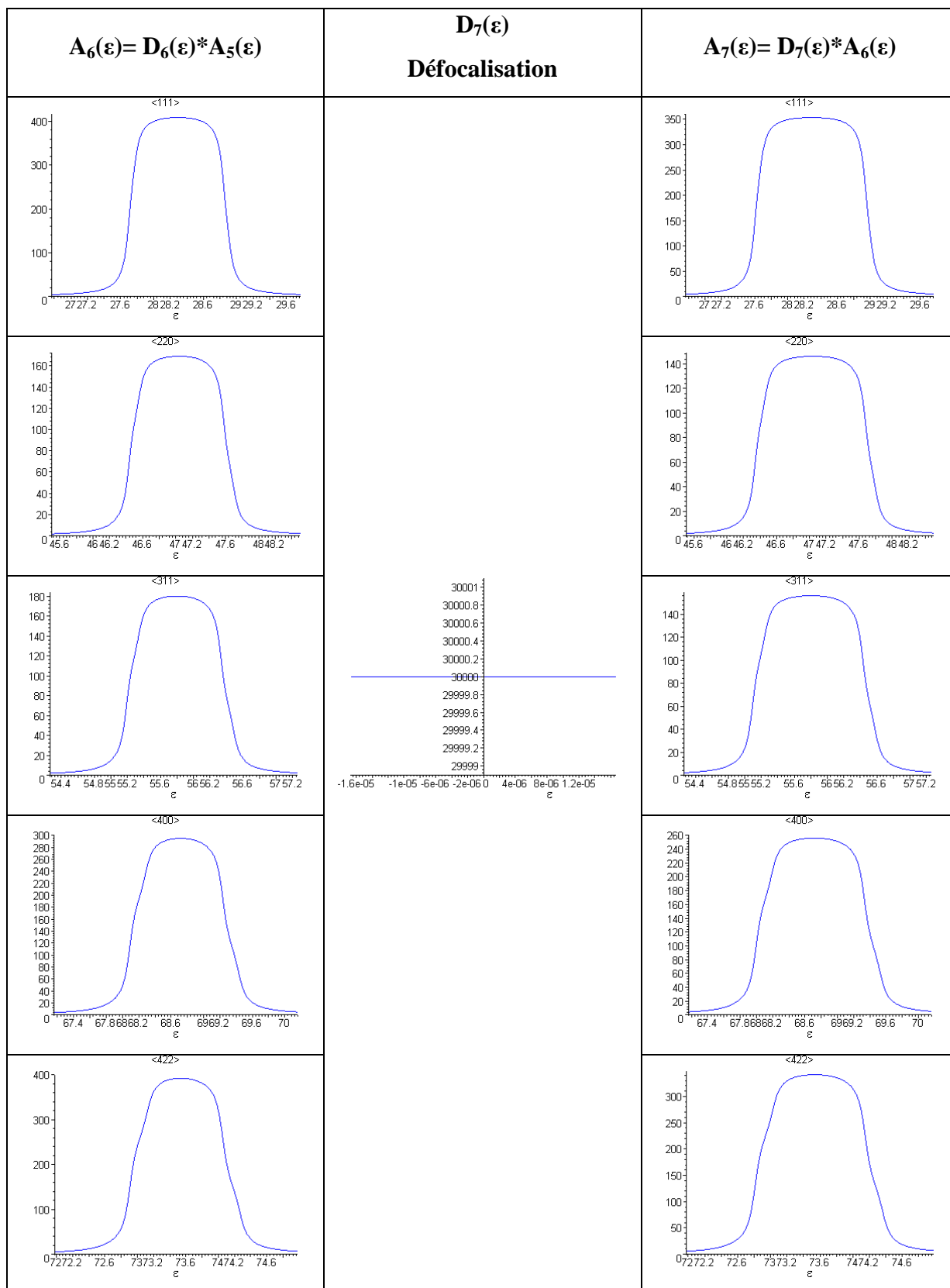


Tableau AIV.27 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

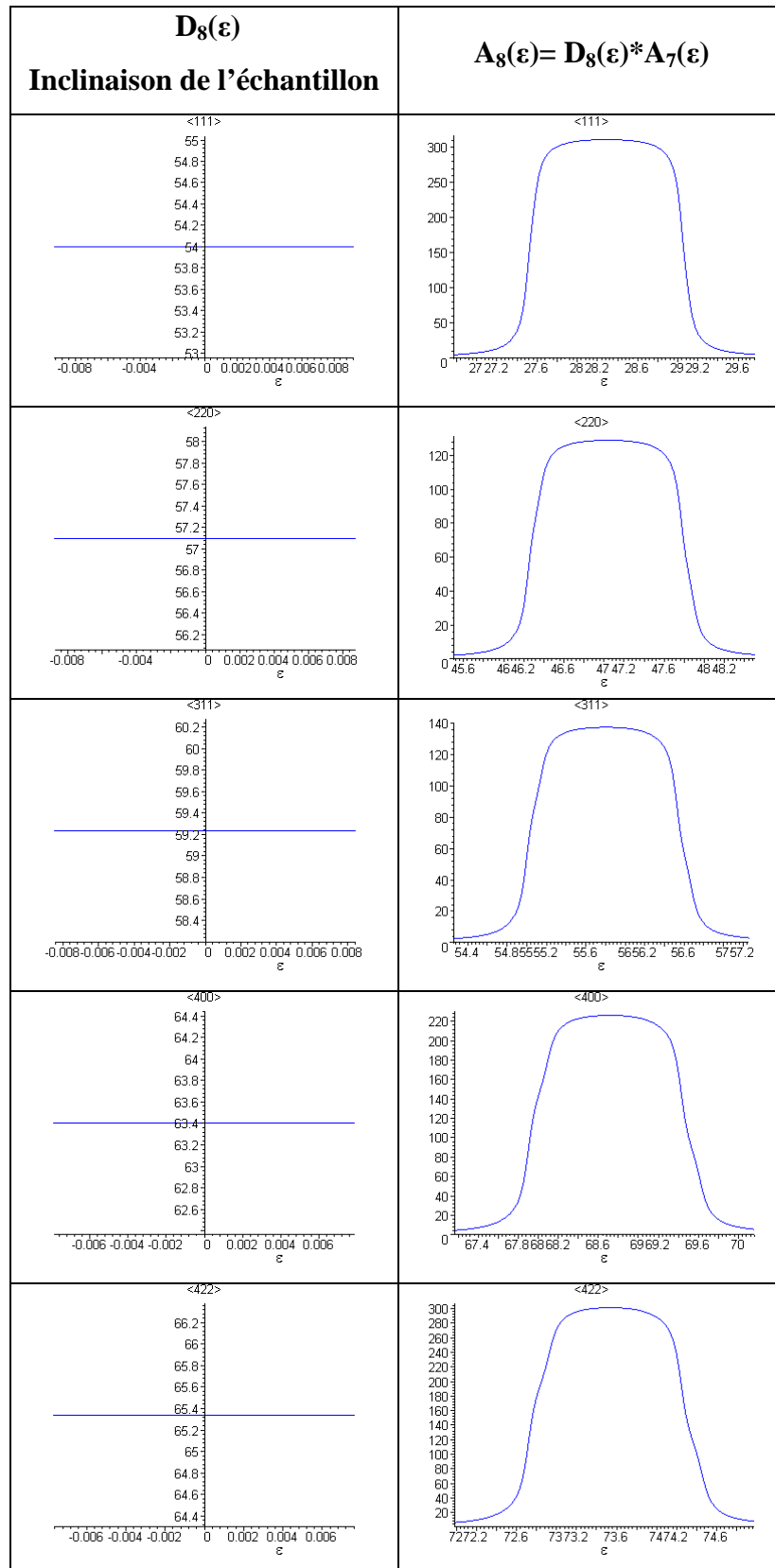


Tableau AIV.28 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

### 5.4. Les différents effets instrumentaux calculés avec les valeurs les moins performantes des paramètres de simulation

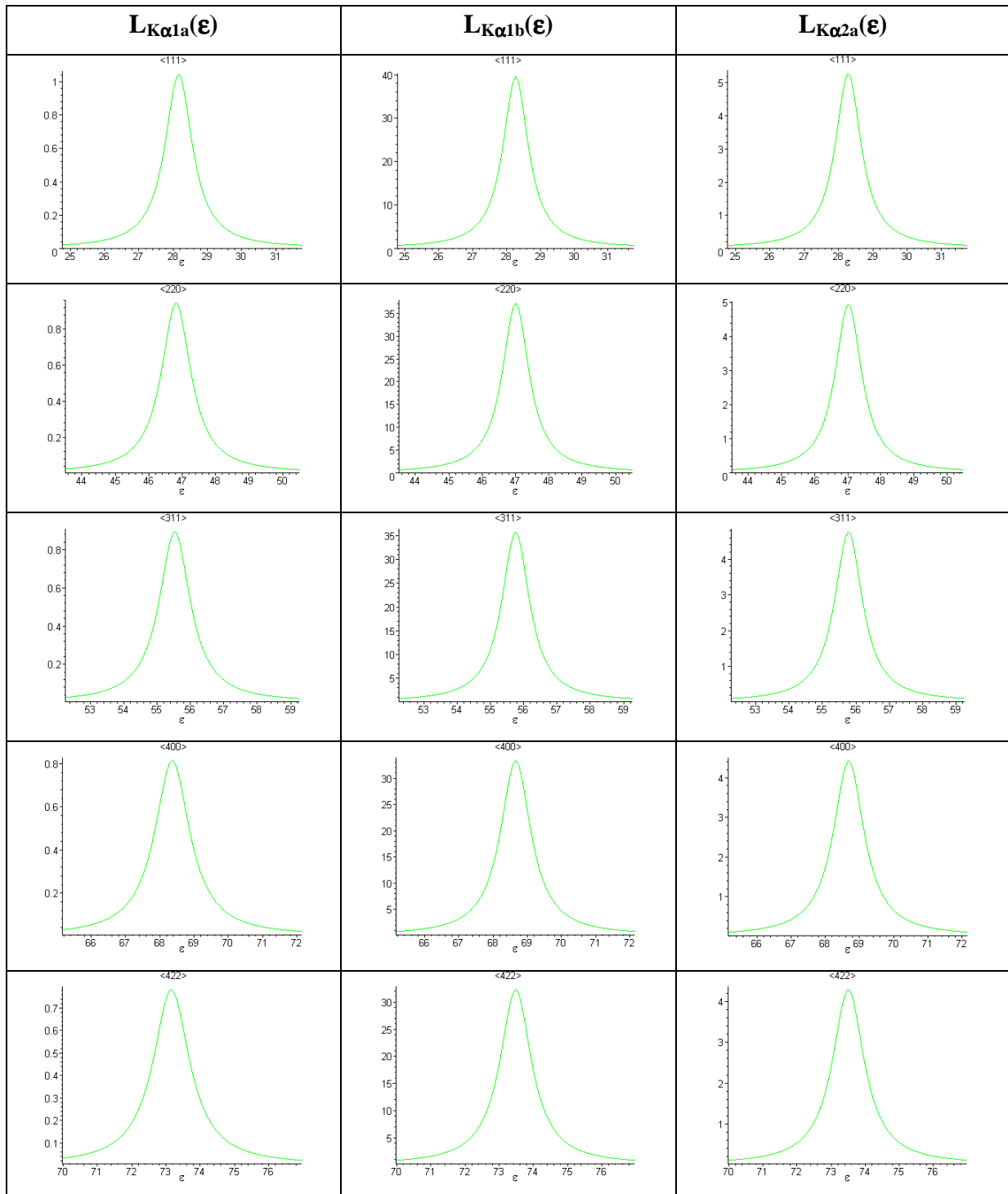


Tableau AIV.29 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

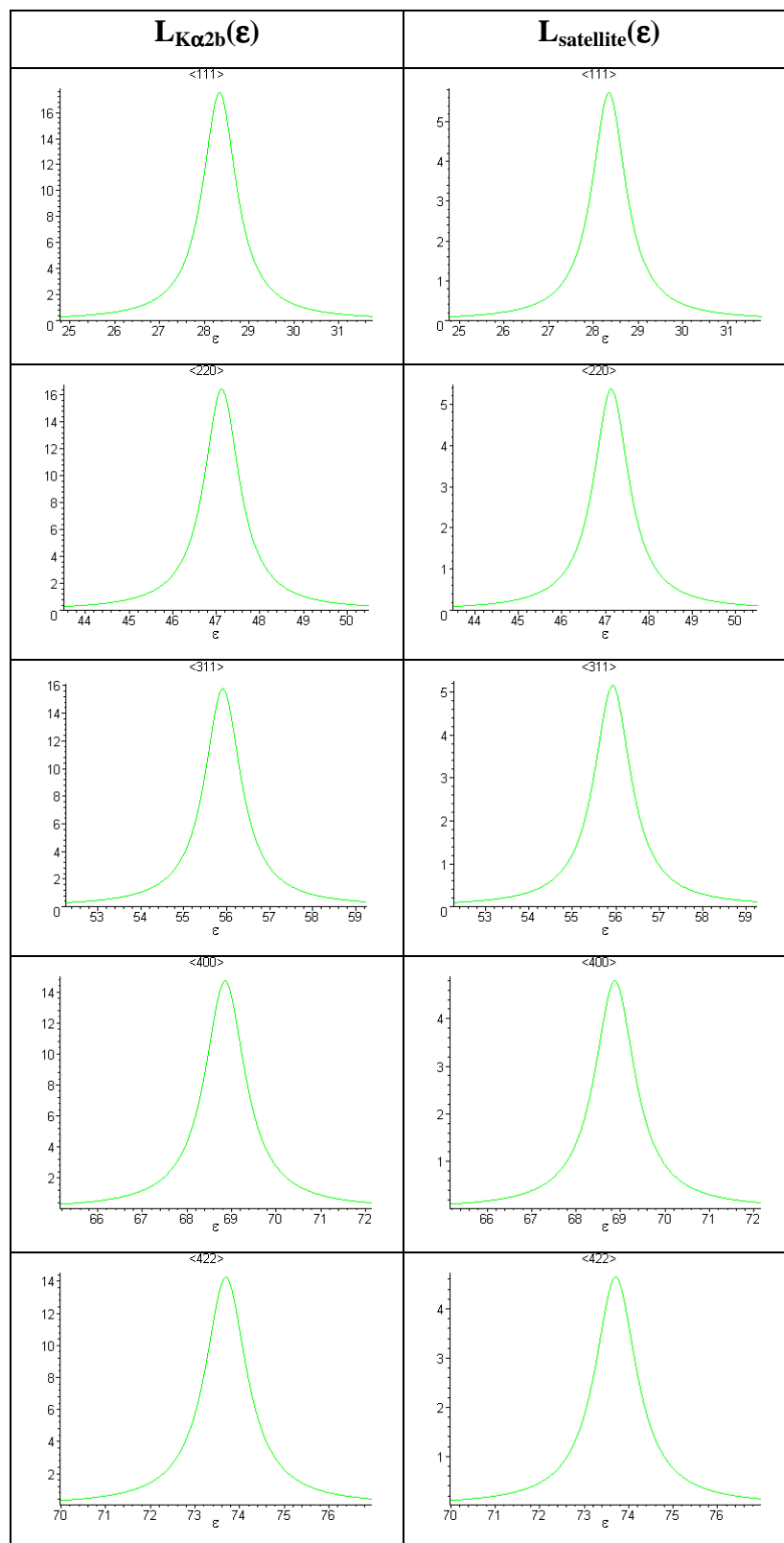


Tableau AIV.30 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

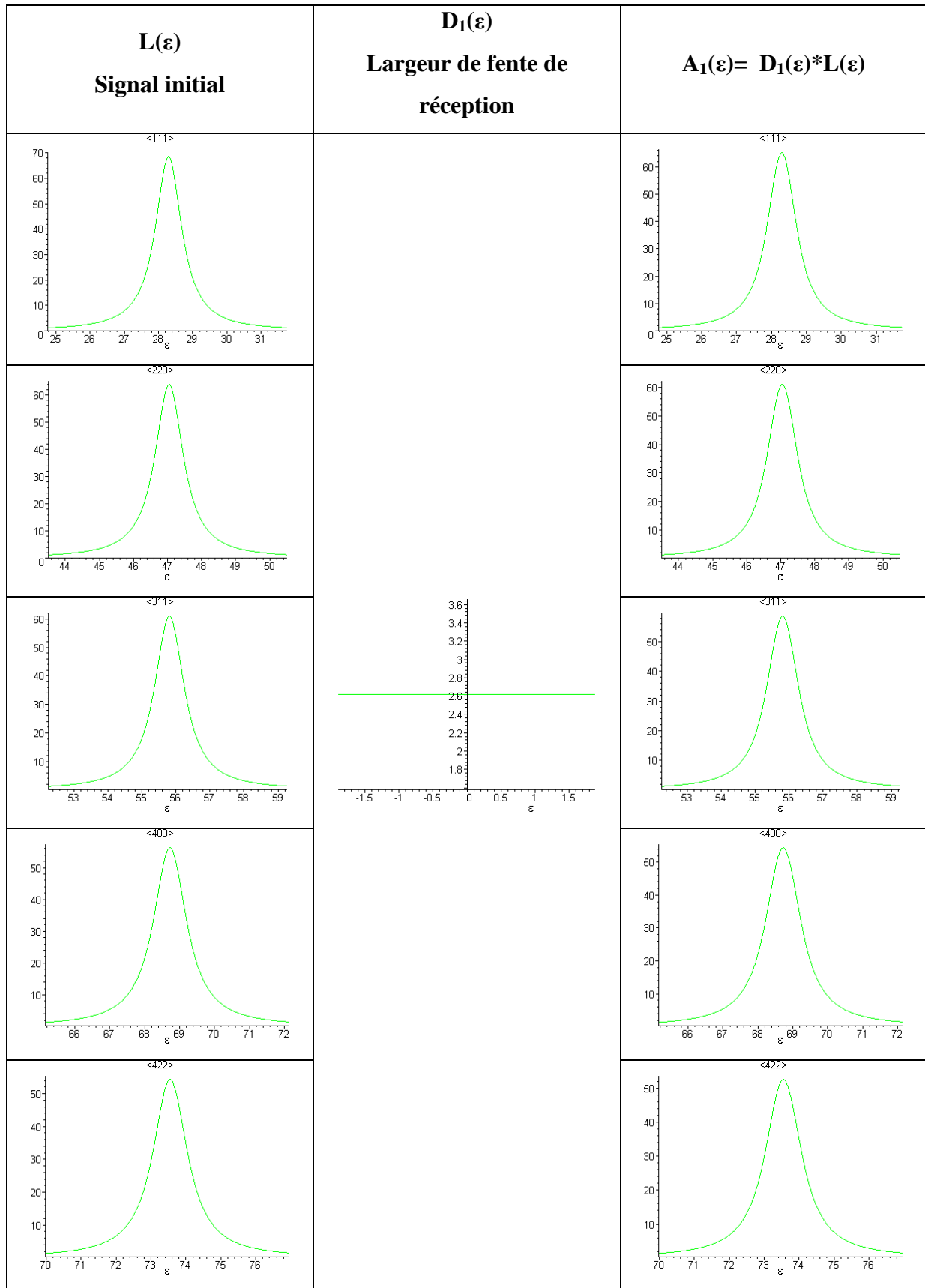


Tableau AIV.31 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

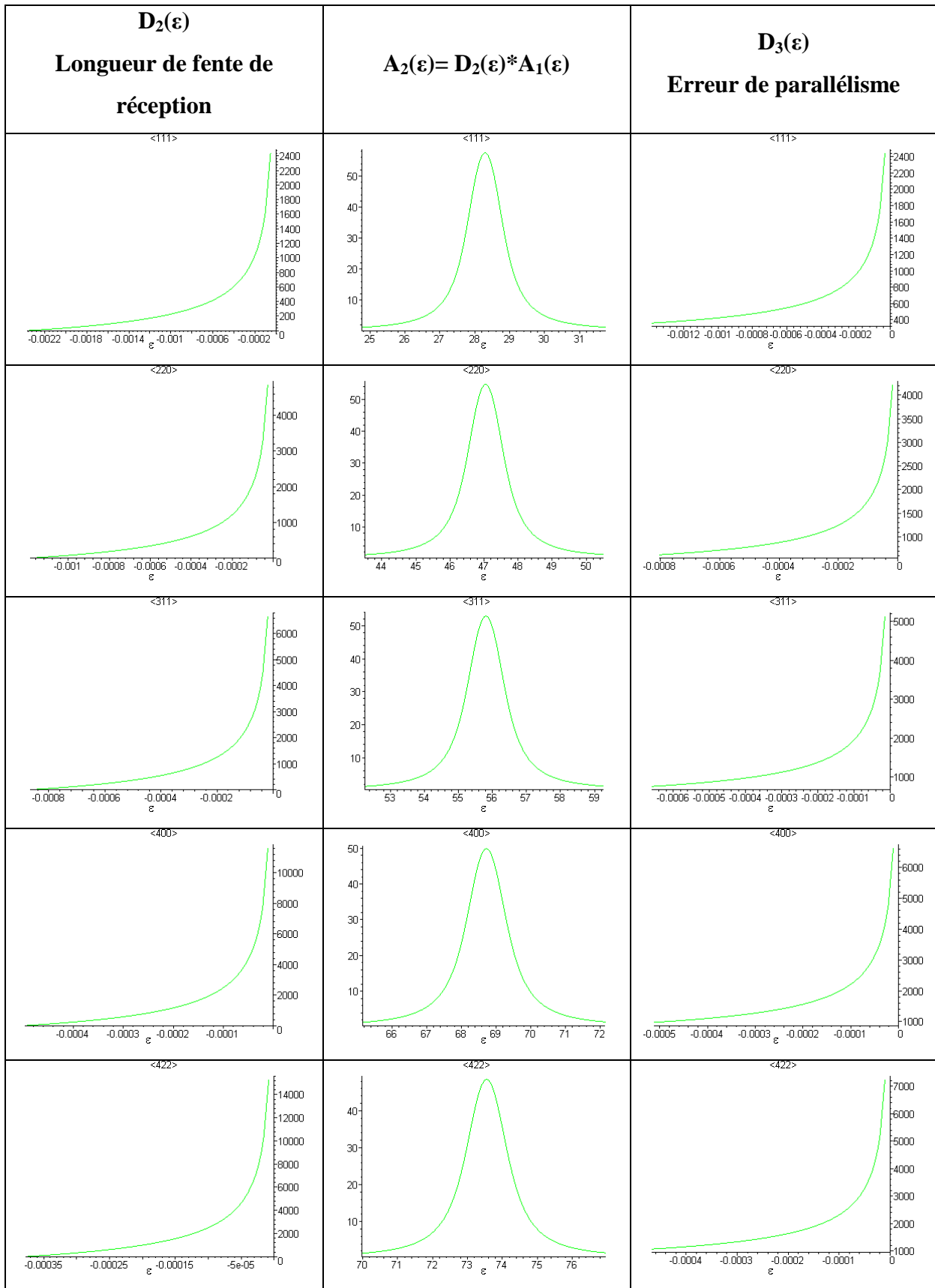


Tableau AIV.32 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

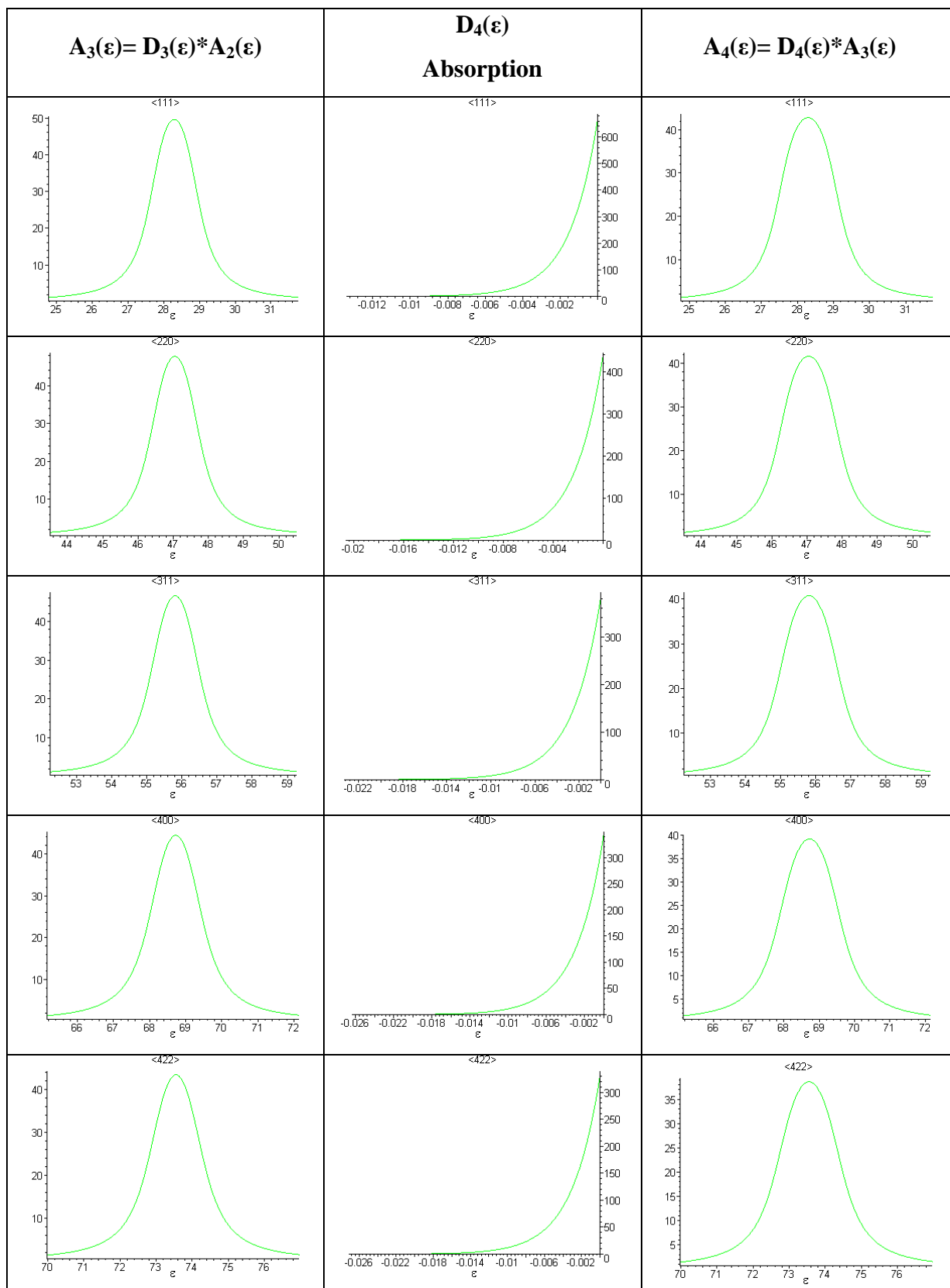


Tableau AIV.33 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

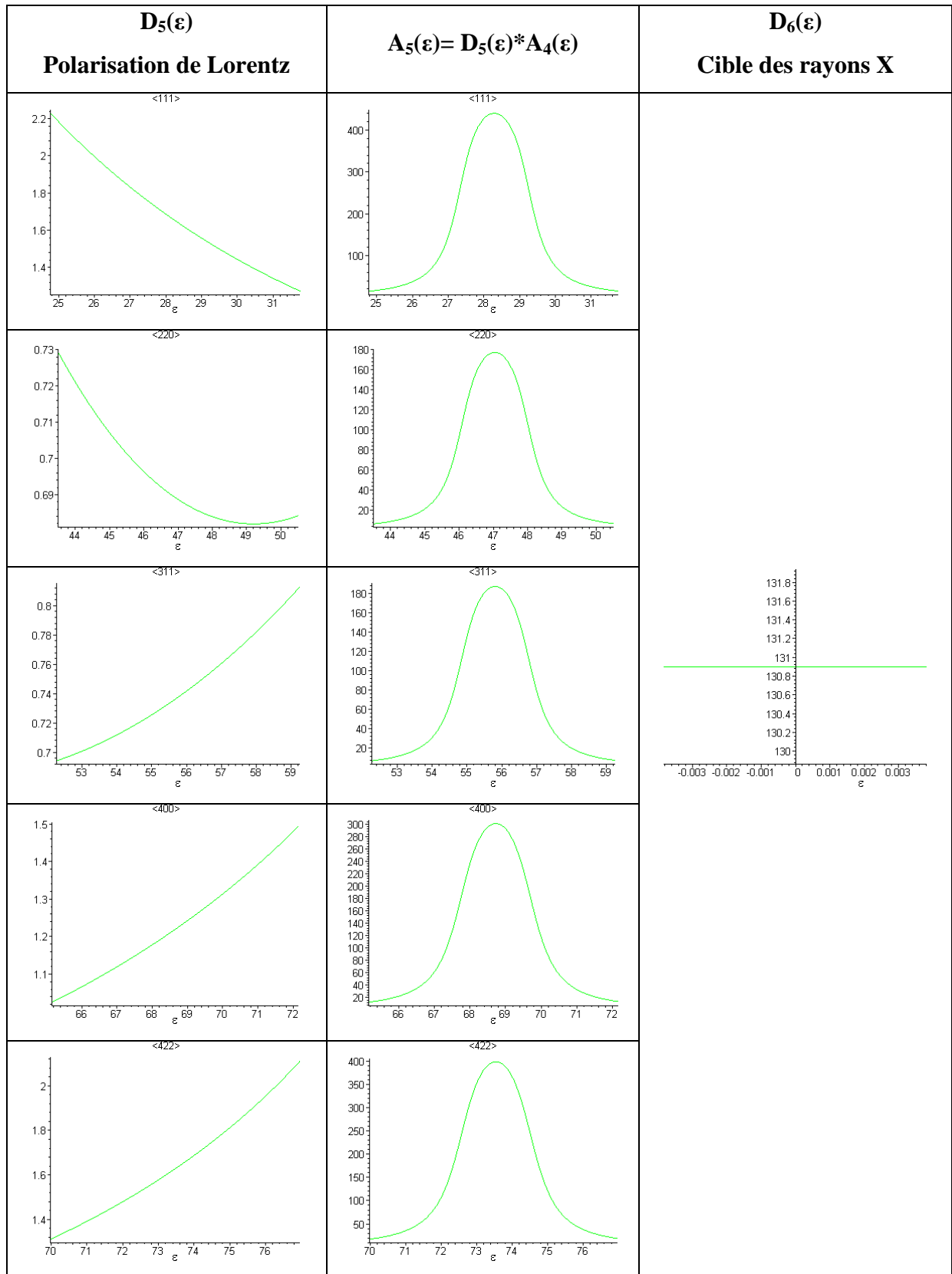


Tableau AIV.34 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.



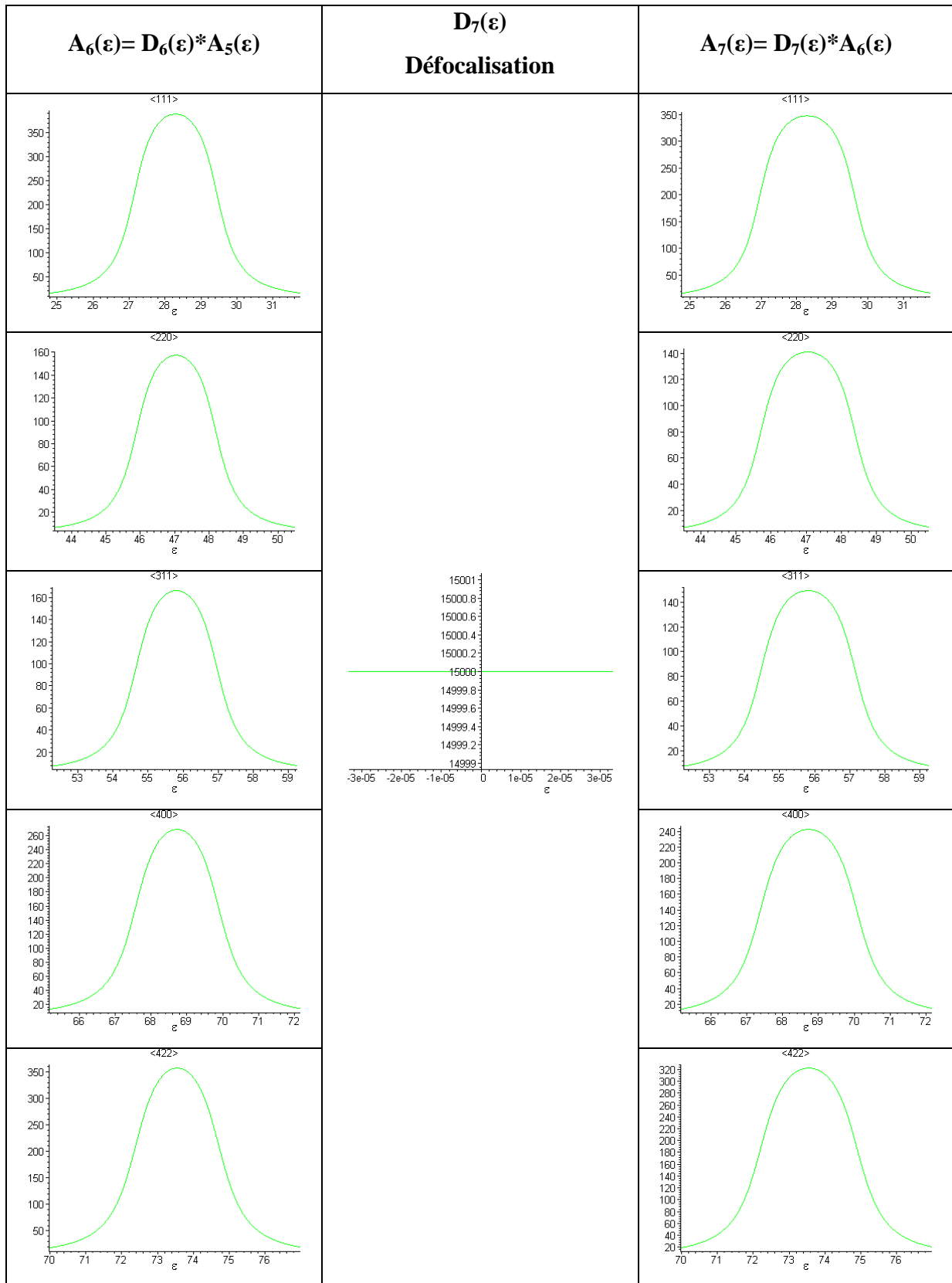


Tableau AIV.35 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.

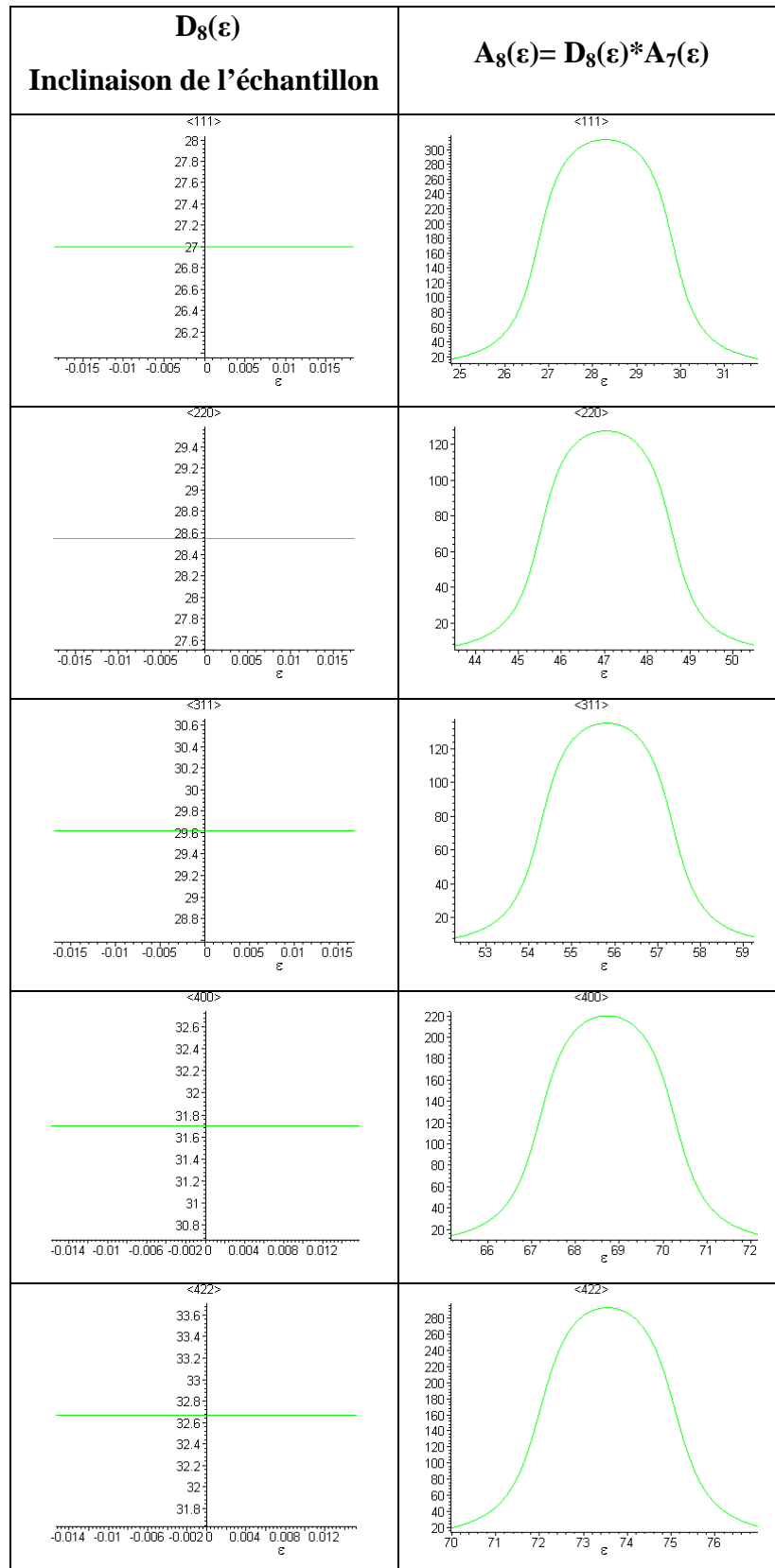


Tableau AIV.36 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux.



## **Annexe V**

















































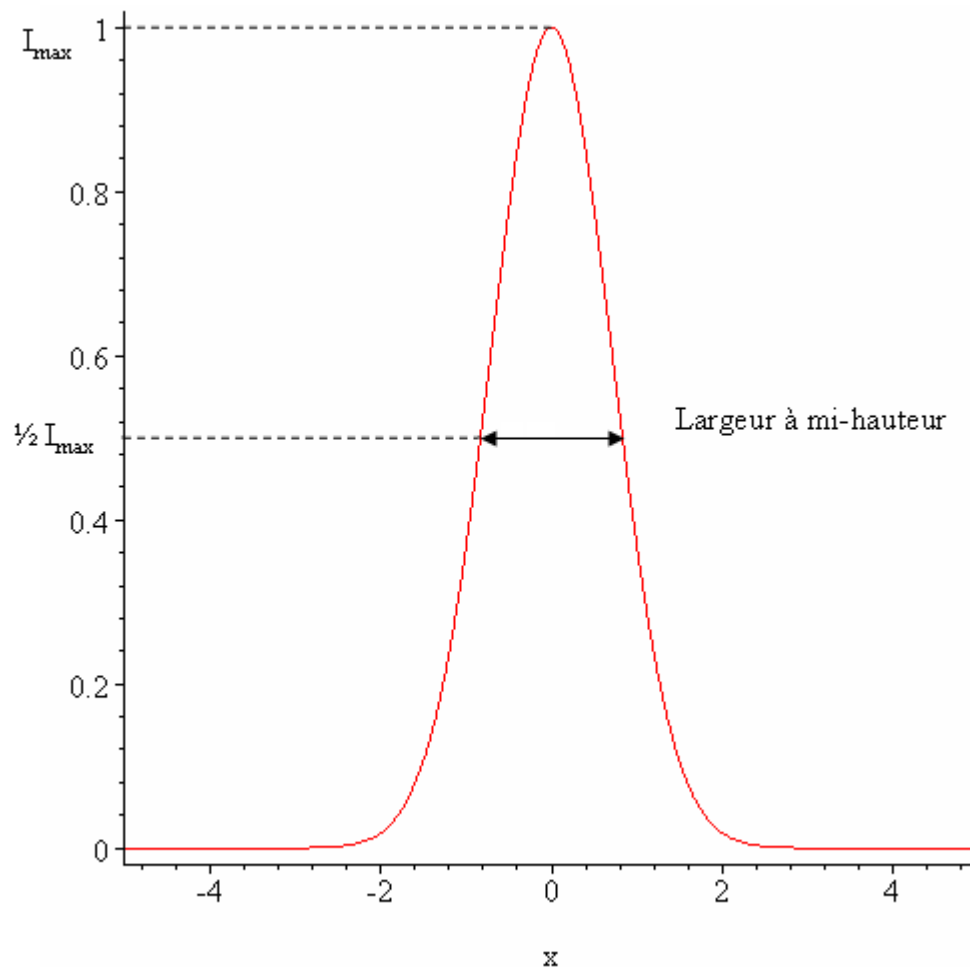






#### 4. Mesure des paramètres microstructuraux et approximation des profils des pôles

La mesure de la microstructure se fait, en toute première approche, de manière relativement différente puisqu'elle se détermine (*Annexe 5, §5.1*), non pas à partir de l'image des figures de pôles, mais de l'interprétation des profils, généralement gaussiens ou lorentziens, caractéristiques de l'échantillon et déduits précédemment des divers effets instrumentaux et consiste en une mesure de largeur à mi-hauteur des profils du pic de diffraction de l'échantillon (*Graphique AV.1*).



*Graphique AV.1 : mesure de largeur à mi-hauteur de la fonction représentative du pic de diffraction de l'échantillon.*

Dans un second temps, il est bon de noter que l'approximation des caractéristiques de l'échantillon par une fonction gaussienne ou une fonction lorentzienne n'est pas parfaitement exacte. Une fonction de Voigt, ou une pseudo-fonction de Voigt, voire une fonction de Pearson type VII serait plus justes et permettrait d'éviter quelques imprécisions. Quelques

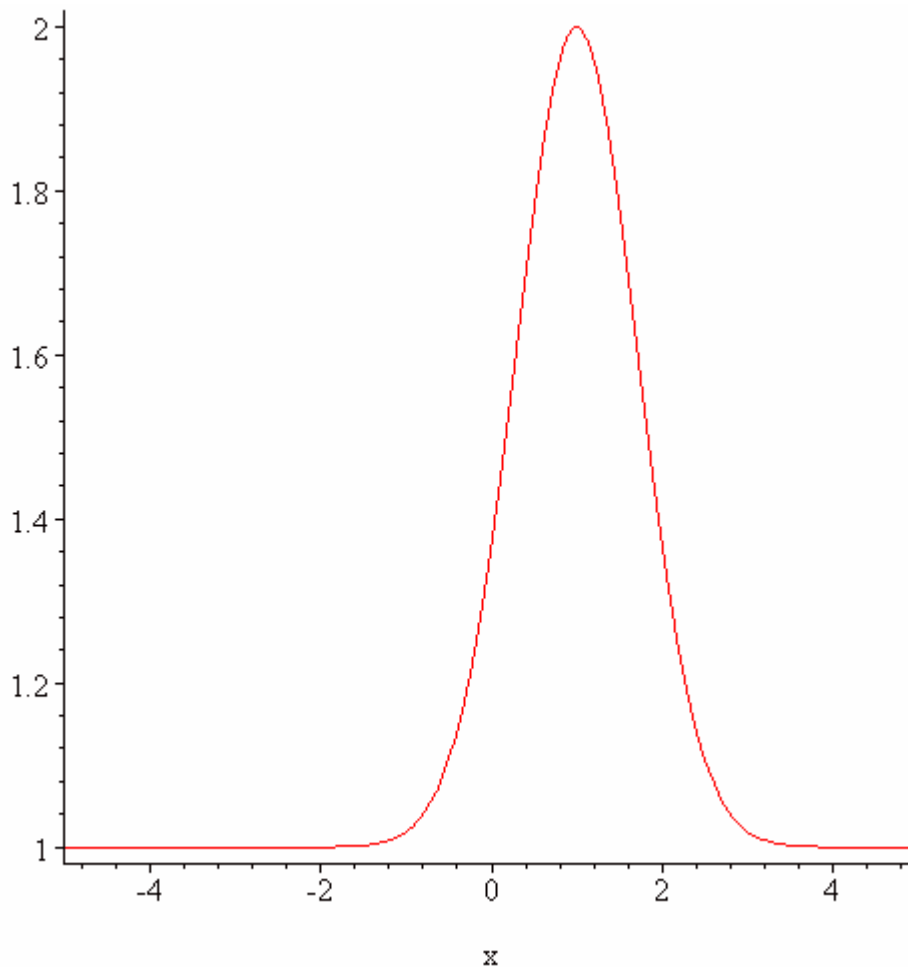
données sont présentées dans un deuxième paragraphe (*Annexe 5, §5.2*) afin de poser les bases de la future approche de la caractérisation des échantillons.

#### 4.1. Approximation par une fonction gaussienne

En première approximation, le profil du pic de diffraction de l'échantillon est représenté par une gaussienne (*Graphique AV.2*) dont l'équation est (*Équation AV.1*) :

$$G(x) = A \times e^{-B \times (x-C)^2} + D$$

*Équation AV.1*

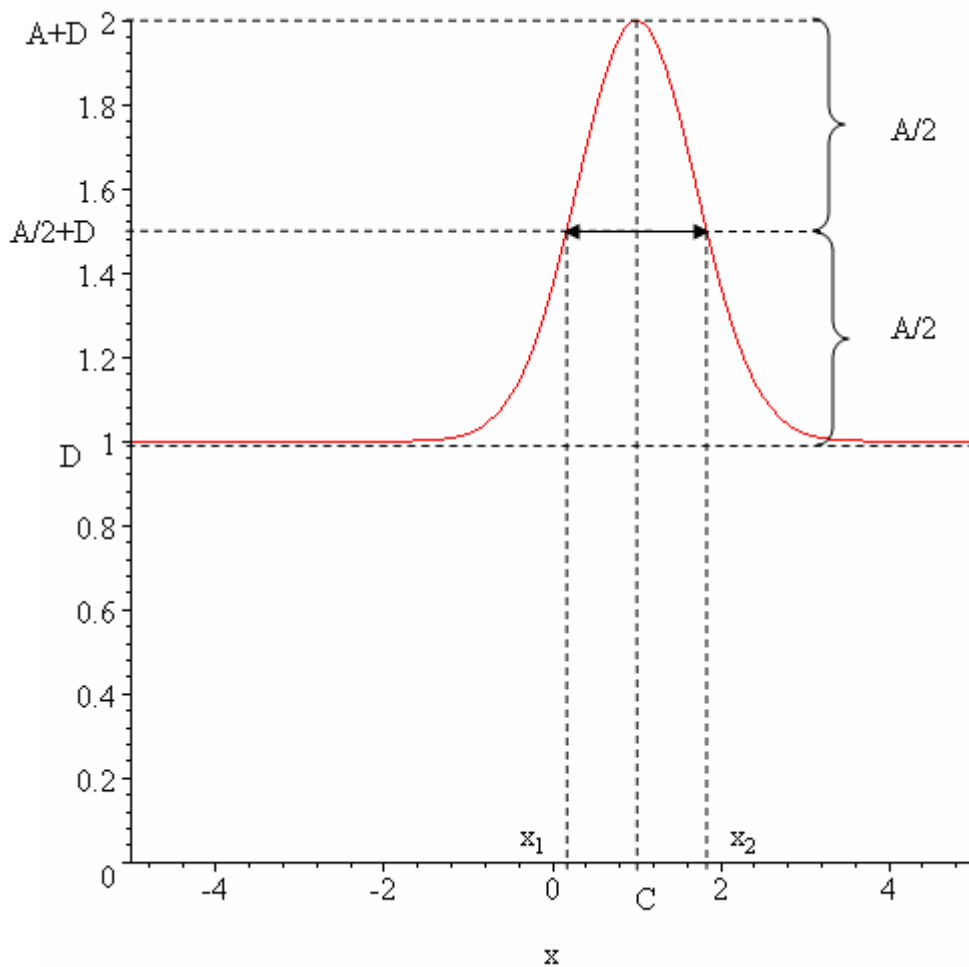


*Graphique AV.2 : fonction gaussienne représentative du pic de diffraction de l'échantillon pour les paramètres  $A=B=C=D=1$ .*

Dans cette formule, les paramètres à déterminer sont :  $B > 0$  et  $A \neq 0$ , C, D sont des constantes. Alors résoudre l'équation calculée au chapitre précédent (*Équation IV.30*) revient à trouver les paramètres A, B, C, D de la courbe G(x).

Il est nécessaire d'extraire les données de la microstructure à partir des paramètres A, B, C et D de la courbe. La méthode utilisée à cet effet consiste à approcher au mieux les paramètres A, B, C et D de la courbe afin que le résultat de la convolution de la gaussienne avec l'ensemble des effets instrumentaux se superpose le plus parfaitement possible avec les points issus des profils des pôles mesurés. Cependant, le calcul des valeurs de ces paramètres approchant le plus la courbe peut être relativement long à calculer, d'autant plus qu'une grande précision est nécessaire.

Pour éviter cela, il suffit de constater certaines de leurs propriétés. Les paramètres A, C et D se déduisent de la géométrie de la courbe (*Graphique AV.3*), puisqu'ils correspondent respectivement à son amplitude, à la position du pic sur l'axe des abscisses et enfin à sa borne inférieure sur l'axe des ordonnées. Quant à B, une fois les trois paramètres précédents estimés il se déduit de l'analyse de la courbe.



Graphique AV.3: détermination des paramètres A, C et D sur la courbe gaussienne.

Le maximum de la courbe se trouve en C et la courbe vaut  $G(C) = D + A$  en ce point. L'amplitude de la courbe vaut A, la mi-hauteur vaut  $A/2$  avec son ordonnée égale à  $D + A/2$ . Quant au paramètre B, il est très lié à la largeur à mi-hauteur de la courbe. Lorsqu'on modifie les valeurs de B, la courbe s'élargie ou s'affine selon que l'on diminue la valeur de ce paramètre ou qu'on l'augmente.

Pour montrer cela, il suffit de calculer les valeurs  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$  (avec  $\varepsilon_1 \neq \varepsilon_2$ ) tels que l'équation (Équation AV.2) soit vérifiée :

$$G(x_1) = G(x_2) = D + \frac{A}{2}$$

Équation AV.2

Cela revient donc à trouver les valeurs de  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$ , solutions de l'équation suivante (Équation AV.3) :

$$A \times e^{-B \times (x-C)^2} + D = D + \frac{A}{2}$$

Équation AV.3

En simplifiant de part et d'autre, l'équation précédente (Équation AV.4) devient désormais :

$$e^{-B \times (x-C)^2} = \frac{1}{2}$$

Équation AV.4

Puisque les deux termes sont strictement positifs, il suffit d'appliquer de part et d'autre du signe égal, la fonction logarithme népérien pour donner finalement une équation de la forme (Équation AV.5) :

$$-B \times (x-C)^2 = \ln\left(\frac{1}{2}\right)$$

Équation AV.5

Soit encore (Équation AV.6) puisque B est strictement positif :

$$(x-C)^2 = \frac{\ln(2)}{B}$$

Équation AV.6

Finalement l'équation admet deux solutions (Équation AV.3) données par (Équation AV.7 et Équation AV.8) :



$$x_1 = C - \sqrt{\frac{\ln 2}{B}}$$

Équation AV.7

$$\text{et } x_2 = C + \sqrt{\frac{\ln 2}{B}}$$

Équation AV.8

En conséquence, la mesure de la largeur à mi-hauteur, traduisant la microstructure, est donnée par la formule (Équation AV.9) :

$$\Delta x = |x_2 - x_1| = 2\sqrt{\frac{\ln 2}{B}}$$

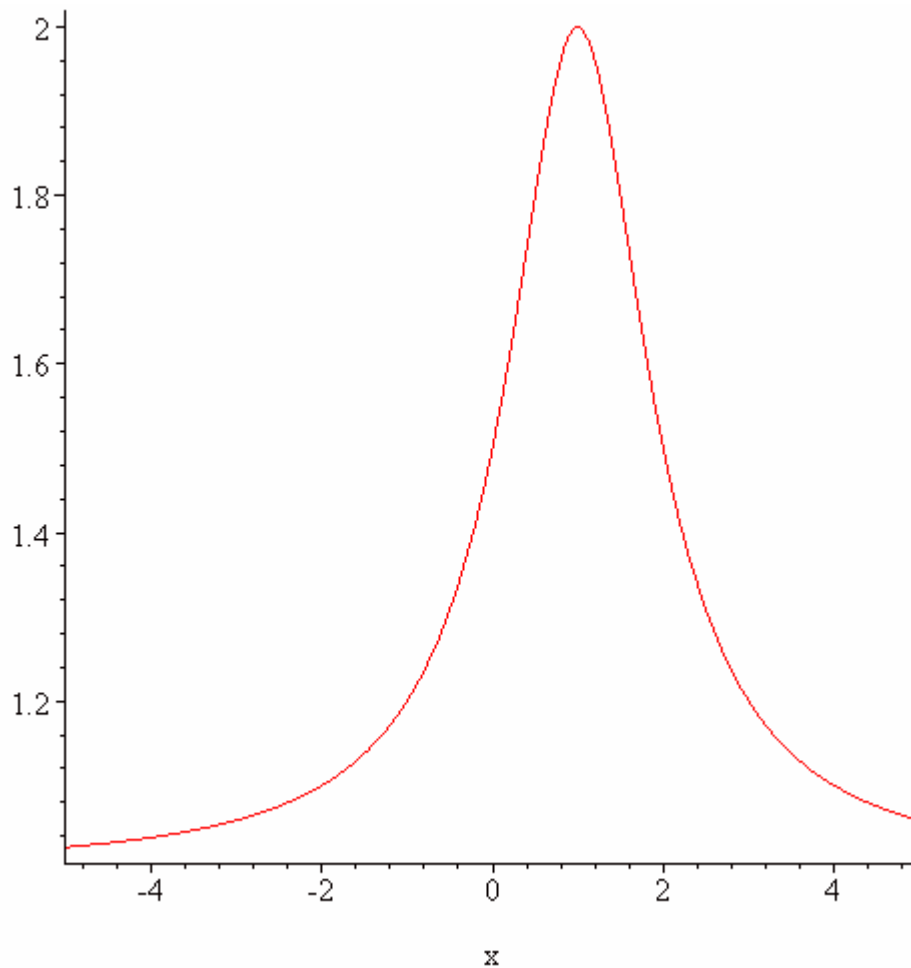
Équation AV.9

## 4.2. Approximation par une fonction lorentzienne

En diffractométrie des rayons X, une fonction lorentzienne (*Graphique AV.4*) permet de décrire le profil des pics de diffraction si on considère un effet de taille des cristallites (loi de Scherrer). Cette fonction est représentée par l'équation suivante (Équation AV.10) :

$$L(x) = \frac{A}{1 + B \times (x - C)^2} + D$$

Équation AV.10

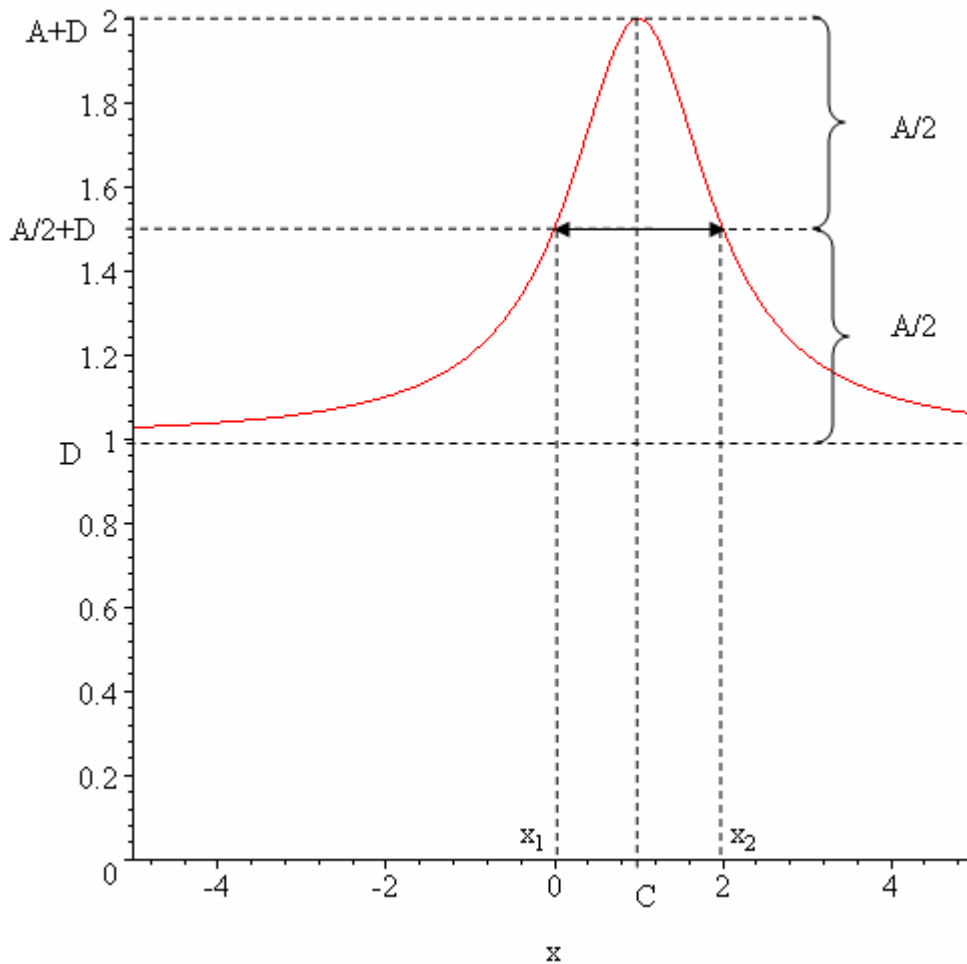


Graphique AV.4 : fonction lorentzienne représentative du pic de diffraction de l'échantillon pour les paramètres  $A=B=C=D=1$ .

Dans cette formule, les paramètres à déterminer sont :  $B > 0$  et  $A \neq 0$ ,  $C$ ,  $D$  sont des constantes. Alors résoudre l'équation calculée au chapitre précédent (Équation IV.30) revient à trouver les paramètres  $A$ ,  $B$ ,  $C$ ,  $D$  de la courbe  $L(x)$ .

Comme dans le cas d'une approximation du profil caractéristique par une fonction gaussienne, il est nécessaire d'extraire les données de la microstructure à partir des paramètres  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et  $D$  de la courbe. La méthode utilisée à cet effet consiste à approcher au mieux les paramètres  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et  $D$  de la courbe afin que le résultat de la convolution de la lorentzienne avec l'ensemble des effets instrumentaux se superpose le plus parfaitement possible avec les points issus des profils des pôles mesurés. Cependant, le calcul des valeurs de ces paramètres approchant le plus la courbe peut être relativement long en temps de calcul, d'autant plus qu'une grande précision est nécessaire.

Pour éviter cela, il suffit de constater certaines de leurs propriétés. Les paramètres  $A$ ,  $C$  et  $D$  se déduisent de la géométrie de la courbe (*Graphique AV.5*), puisqu'ils correspondent respectivement à son amplitude, à la position du pic sur l'axe des abscisses et enfin à sa borne inférieure sur l'axe des ordonnées. Quant à  $B$ , une fois les trois paramètres précédents estimés il se déduit de l'analyse de la courbe.



*Graphique AV.5: détermination des paramètres  $A$ ,  $C$  et  $D$  sur la courbe lorentzienne.*

Le maximum de la courbe se trouve en  $C$  et la courbe vaut  $L(C) = D + A$  en ce point. L'amplitude de la courbe vaut  $A$ , la mi-hauteur vaut  $A/2$  avec son ordonnée égale à  $D + A/2$ . Quant au paramètre  $B$ , il est très lié à la largeur à mi-hauteur de la courbe. Lorsqu'on modifie les valeurs de  $B$ , la courbe s'élargit ou s'affine selon que l'on diminue la valeur de ce paramètre ou qu'on l'augmente.

Pour montrer cela, il suffit de calculer les valeurs  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$  (avec  $\varepsilon_1 \neq \varepsilon_2$ ) telles que l'équation (*Équation AV.11*) soit vérifiée :

$$L(x_1) = L(x_2) = D + \frac{A}{2}$$

*Équation AV.11*

Cela revient donc à trouver les valeurs de  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$ , solutions de l'équation suivante (*Équation AV.12*) :

$$\frac{A}{1 + B \times (x - C)^2} + D = D + \frac{A}{2}$$

*Équation AV.12*

En simplifiant de part et d'autre, l'équation précédente (*Équation AV.13*) devient désormais :

$$\frac{1}{1 + B \times (x - C)^2} = \frac{1}{2}$$

*Équation AV.13*

Soit encore (*Équation AV.14*) puisque B est non nul :

$$(x - C)^2 = \frac{1}{B}$$

*Équation AV.14*

Finalement l'équation admet deux solutions (*Équation AV.10*) données par (*Équation AV.15* et *Équation AV.16*) :

$$x_1 = C - \frac{1}{\sqrt{B}}$$

*Équation AV.15*

$$\text{et } x_2 = C + \frac{1}{\sqrt{B}}$$

*Équation AV.16*

En conséquence, la mesure de la largeur à mi-hauteur, traduisant la microstructure, est donnée par la formule (*Équation AV.17*) :

$$\Delta x = |x_2 - x_1| = \frac{2}{\sqrt{B}}$$

*Équation AV.17*

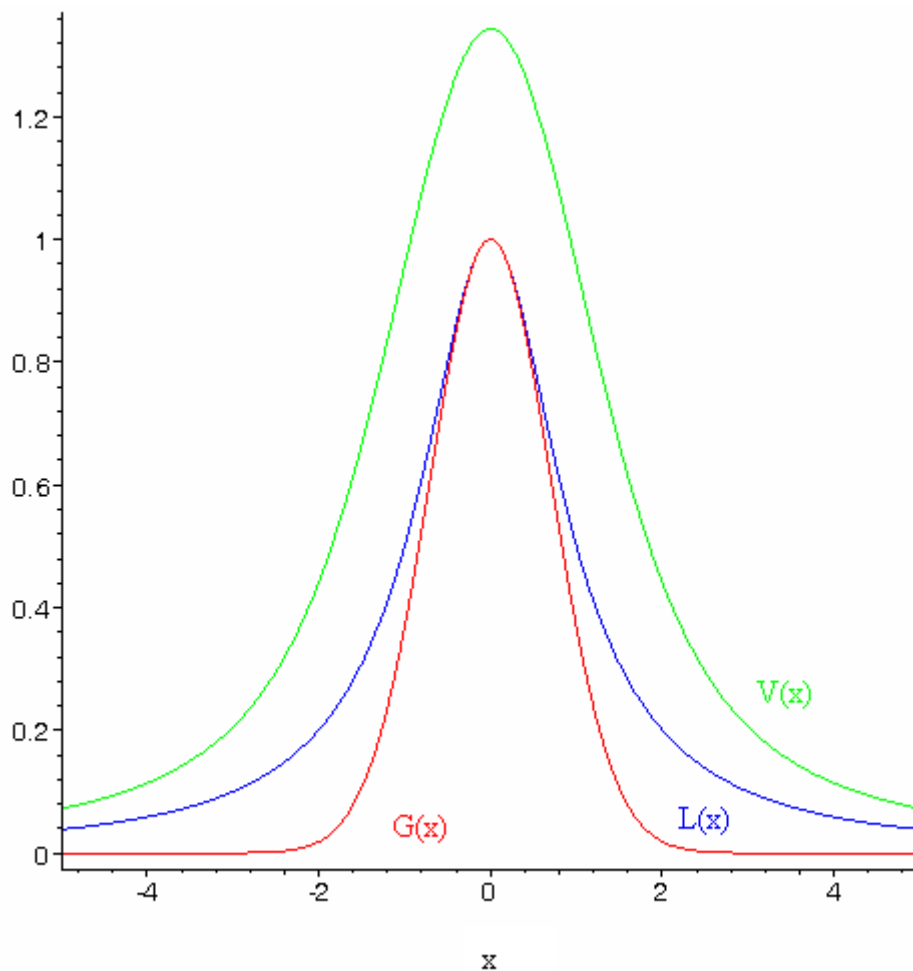
### 4.3. Approximation par une fonction de Voigt

Cette fonction est le produit de convolution d'une fonction gaussienne et d'une fonction lorentzienne ayant le même sommet. C'est une fonction de la forme (Équation AV.18) :

$$V(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} G(x-t) \times L(t) dt$$

Équation AV.18

La fonction de Voigt (Graphique AV.6) est une meilleure approximation des caractéristiques de l'échantillon que les deux précédentes <sup>[111], [112]</sup>.



Graphique AV.6 : équation d'une gaussienne (en rouge), d'une lorentzienne (en bleu) et de la fonction de Voigt correspondante (en vert) pour  $c_1=c_2=c_5=c_6=1$  et  $c_3=c_4=c_7=c_8=0$ .

Dans l'équation précédente,  $G(x)$  est une fonction gaussienne et  $L(x)$  une fonction lorentzienne représentées respectivement par les équations suivantes (Équation AV.19 et Équation AV.20) :

$$G(x) = c_1 \times e^{-c_2 \times (x - c_3)^2} + c_4$$

*Équation AV.19*

$$L(x) = \frac{c_5}{1 + c_6 \times (x - c_7)^2} + c_8$$

*Équation AV.20*

Les paramètres des équations  $c_1$ ,  $c_2$ ,  $c_3$ ,  $c_4$ ,  $c_5$ ,  $c_6$ ,  $c_7$  et  $c_8$  sont des constantes réelles, avec de surcroît  $c_1 \neq 0$ ,  $c_5 \neq 0$ ,  $c_2 > 0$  et  $c_6 > 0$ , de sorte que les fonctions gaussiennes et lorentziennes aient le même sommet.

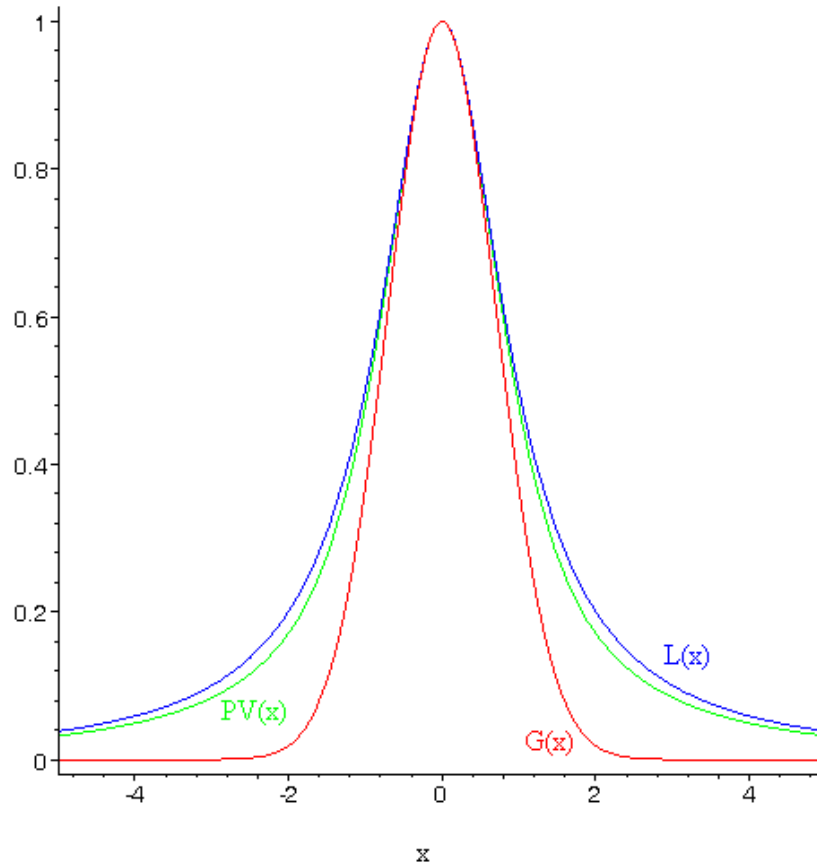
#### 4.4. Approximation par une pseudo-fonction de Voigt

Néanmoins, comme le produit de convolution (*Équation AV.18*) de ces deux fonctions n'est pas une opération simple, il est nécessaire d'en trouver une approximation. Ainsi est introduit la notion de pseudo-fonction de Voigt comme somme pondérée d'une gaussienne et d'une lorentzienne ayant la même position et la même aire (*Équation AV.21*).

$$PV(x) = \eta \times L(x) + (1 - \eta) \times G(x)$$

*Équation AV.21*

Le facteur de proportionnalité dans l'équation précédente est noté  $\eta$  et est appelé facteur de Lorentz. Cependant, ce coefficient n'a aucun rapport avec celui calculé précédemment (*Chapitre IV, § 2.1.2.f*). Pour  $\eta = 0$ , on retrouve une gaussienne alors que pour  $\eta = 1$  on obtient une lorentzienne. En outre, si on compare les pseudo-fonctions de Voigt avec une fonction de Voigt, le paramètre de Lorentz donnant l'écart quadratique minimal vaut  $\eta = 0.834 \pm 0.001$  (au sens de la méthode des moindres carrés).



Graphique AV.7 : équation d'une gaussienne (en rouge), d'une lorentzienne (en bleu) et de la pseudo-fonction de Voigt correspondante (en vert) pour  $\eta=0.834$  et  $c_1=c_2=c_5=c_6=1$  et  $c_3=c_4=c_7=c_8=0$ .

Les paramètres  $c_1$  à  $c_8$  doivent donc être calculés de façon à ce que l'aire et la position des courbes soient identiques. Concrètement, pour que les deux courbes aient la même position, cela signifie que  $c_4 = c_8$ , car ces termes correspondent au décalage sur l'axe des ordonnées des deux fonctions, et  $c_3 = c_7$ , puisque ces termes correspondent, eux, au décalage sur l'axe des abscisses. Il suffit donc de déterminer  $c_1$ ,  $c_2$ ,  $c_5$  et  $c_6$  pour que l'aire des deux courbes soit identique avec toujours les conditions sur les paramètres  $c_1 \neq 0$ ,  $c_5 \neq 0$ ,  $c_2 > 0$  et  $c_6 > 0$ .

Le graphique précédent (*Graphique AV.7*) traduit les différences en terme d'approximation des trois fonctions.

#### 4.5. Approximation par une fonction de Pearson type VII

Cette fonction est très utilisée depuis 1977 en radiocristallographie pour représenter la forme des pics de diffraction <sup>[113]</sup>.

$$P_{VII}(x) = \frac{A}{\left[ 1 + B \times \left( (x - C) \times \sqrt{2^{\frac{1}{M}} - 1} \right)^2 \right]^M} + D$$

Équation AV.22

Dans cette expression (Équation AV.22), M est un paramètre d'asymétrie. Il représente le paramètre de forme et est appelé « largeur de Pearson ». En outre, lorsque M est égal à 2, la fonction est une lorentzienne et lorsque M est infini, la fonction devient une gaussienne. Quant à C, il représente le maximum de la fonction de Pearson VII et B est un paramètre lié à sa largeur à mi-hauteur.





## Index des figures

Figure I.1 : comparaison entre l'image déformée d'un texte à travers une lentille sphérique (à gauche) et celle, intacte, obtenue à travers une lentille asphérique (à droite). .....	17
Figure I.2 : intérêt d'une surface asphérique par rapport à une ou plusieurs surfaces sphériques afin de limiter l'encombrement dans un système optique. ....	18
Figure I.3 : deux exemples de surfaces asphériques, en « chapeau de gendarme » (à gauche) et en « bosse » (à droite). ....	20
Figure I.4 : plage d'application des lentilles réalisées dans le domaine des UV, du visible et des infrarouges (flèche rouge). ....	21
Figure I.5 : structure cristalline du quartz (à gauche) et amorphe du verre (à droite). ....	23
Figure I.6 : structure cristalline cubique à faces centrées de la fluorine. ....	24
Figure I.7 : tour de très grande précision Nanoform 600 de Precitech pour le tournage à l'outil diamant et la microrectification. ....	27
Figure I.8 : maintien d'une lentille lors d'une opération de débordage. ....	29
Figure I.9 : ébauchage et doucissage d'un dioptre à l'aide de meules boisseaux dans la machine SLG100-S2 <sup>[15]</sup> . ....	30
Figure I.10 : processus standard de réalisation d'un dioptre asphérique en fluorine par microrectification. ....	32
Figure I.11 : meules à liant métallique utilisées lors de la phase de microrectification en régime cassant <sup>[20]</sup> . ....	33
Figure I.13 : schéma d'une meule diamant de type 1EE1 <sup>[20]</sup> . ....	35
Figure I.14 : machine à commande numérique de polissage souple avec un polissoir à membrane élastique. ....	36
Figure I.15: cartographies interférométriques (en haut) et mesures par microscopie optique (en bas) d'ondulations au centre d'un dioptre après une étape de meulage fin. ....	37
Figure I.16 : zone de travail de la machine Q22 de finition MRF pendant un polissage. ....	38
Figure I.17 : photographie d'outils diamant identiques à ceux utilisés lors des essais <sup>[44]</sup> . ....	39

Figure I.18 : processus standard de réalisation d'un dioptre asphérique en fluorine par tournage à l'outil diamant <sup>[18], [45], [46]</sup> .....	40
Figure II.1 : profil et défauts d'une surface par rapport à une ligne de référence. ....	41
Figure II.2 : décomposition d'un profil à partir des trois types de défauts. De haut en bas : défauts de forme, ondulation et rugosité <sup>[50]</sup> .....	44
Figure II.3 : réseau crée par l'outil diamant et susceptible de diffracter la lumière provoquant ainsi l'apparition d'irisations sur la surface du dioptre. ....	45
Figure II.4 : image au microscope optique d'une « zone de gris » à proximité du centre d'un dioptre.....	46
Figure II.5 : zone d'un dioptre observée au microscope optique présentant des arrachements après une opération de tournage à l'outil diamant.....	47
Figure II.6 : représentation schématique d'endommagements sur un profil de surface après une étape d'ébauchage. ....	48
Figure II.7 : quantification par microscopie optique (au centre, à droite) et mesure de profil (en haut et en bas) des empreintes faites par polissage MRF (au centre, à gauche) pour l'estimation des SSD <sup>[36]</sup> .....	50
Figure II.8 : exemple de mesure linéique de forme à l'aide d'un profilomètre mécanique.....	52
Figure II.9 : exemple de mesure surfacique de forme réalisée sur un calibre. ....	53
Figure II.10 : banc de mesures de dioptres sphériques par interférométrie <sup>[59]</sup> . ....	54

Figure III.10 : ensemble goniométrique Dosophatex <sup>[71]</sup> de caractérisation par diffraction des rayons X. .... 77

Figure IV.1 : détermination des normales au plan cristallographique dans l'échantillon <sup>[70]</sup>. 108

Figure IV.2: configuration expérimentale d'un diffractomètre de texture. .... 109

Figure IV.3: principe de la projection stéréographique. .... 111

Figure IV.4: figures de pôle {111} reconstruite à partir des différentes classes et représentées en fausses couleurs sur 6 niveaux. .... 112

Figure IV.5 : figure de pôle {111} bruitée. .... 113

## Index des figures

Figure IV.6 : partie spécifique du logiciel destiné à tester différents filtres.....	116
Figure IV.7 : image originale bruitée. ....	117
Figure IV.8 : agrandissement (x2) de la zone centrale de l'image bruitée. ....	117
Figure IV.9 : pixel central assimilé à du bruit et possédant 3 voisins. ....	118
Figure IV.10 : pixel central appartenant à un pôle et possédant 5 voisins en bordure d'un pôle. .....	119
Figure IV.11 : après suppression du bruit de fond et du matériau.....	120
Figure IV.12 : agrandissement (x2) de la zone centrale de l'image débruitée. ....	120
Figure IV.13 : répartition de l'intensité des points. ....	121
Figure IV.14 : image originale (en haut) et agrandissement d'un des pics (en bas) avant correction des effets de moiré. ....	122
Figure IV.15 : image originale (en haut) et agrandissement d'un des pics (en bas) après correction des effets de moiré. ....	123
Figure IV.16 : image originale débruitée.....	125
Figure IV.17 : rotation automatique de l'image débruitée. ....	125
Figure IV.18 : image originale débruitée, avec les 4 pôles d'une même famille {111}. ....	126
Figure IV.19 : image originale débruitée, avec le pôle équivalent aux 4 pôles précédents....	127
Figure IV.20 : détermination des paramètres géométriques de longueur et de position du pic à partir du pôle équivalent.....	128
Figure IV.21 : localisation des effets instrumentaux sur montage expérimental pour des analyses au laboratoire de diffraction des rayons X de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne. ....	131
Figure IV.22 : schéma de l'influence de la largeur de fente de réception. ....	138
Figure IV.23 : schéma de l'influence de la longueur de fente de réception. ....	139
Figure IV.24 : schéma de l'influence de la cible des rayons X. ....	147
Figure IV.25 : schéma de l'influence de la divergence du faisceau incident. ....	149
Figure IV.26 : principe de la convolution des effets instrumentaux et du signal source avec le pic de diffraction de l'échantillon. ....	152

## Index des figures

Figure V.1 : positions calculées et positions théoriques d'un des pôles pour une orientation {111}.....	156
Figure V.2 : mesure de la désorientation en $\varphi$ sur une figure de pôle.....	157
Figure V.3 : mesure de la désorientation en $\psi$ après superposition du pôle mesuré et du pôle théorique.....	157
Figure V.4 : figure de pôle de la lentille A après polissage MRF centrée autour du pic de diffraction. ....	199
Figure V.5 : figure de pôle de la lentille B après polissage MRF centrée autour du pic de diffraction. ....	200

Figure AII.2 : courbe représentative d'une mesure de forme en 2 dimensions au profilomètre mécanique.....	254
Figure AII.3 : principe de déplacement du stylet sur un profil.....	254
Figure AII.4 : contact entre la pointe sphérique du palpeur et le profil. Toutes les zones ne peuvent pas être atteintes par la pointe du stylet. ....	255
Figure AII.6 : microscope à force atomique Explorer de la société Thermomicroscopes.....	258

Figure AII.7 : exemple de cartographie à partir de mesures AFM d'une zone présentant des défauts locaux.....	259
Figure AII.8 : principe des mesures au moyen d'un microscope à force atomique (AFM)....	260
Figure AII.9 : interféromètre Wyko RTI 6100 de Veeco <sup>[59]</sup> à décalage de phase lors d'une mesure en teinte plate. ....	261
Figure AII.10 : principe de fonctionnement de l'interféromètre à décalage de phase.....	262
Figure AII.11 : franges observées à l'interféromètre sur un dioptre. ....	263
Figure AII.12 : interférogramme uniforme (teinte plate) sur le moniteur de contrôle d'un interféromètre. ....	265
Figure AII.13 : interférogramme d'un dioptre asphérique trop complexe pour être interpréter. ....	266
Figure AII.14 : photo du rugosimètre optique Zygo New View 5020. ....	268
Figure AII.16 : principe de mesure par déflectométrie d'un dioptre optique et le ronchigramme obtenu, caractéristique de sa forme. ....	271
Figure AII.17 : ronchigrammes d'un dioptre sphérique convexe à gauche et d'un dioptre sphérique concave à droite. ....	271
Figure AIII.3 : interactions entre les rayons X et la matière.....	286
Figure AIII.4: diffraction des rayons X sur une famille de plans. ....	287
Figure AIII.5 : schéma de montage goniométrique expérimental de diffraction par des rayons X. ....	287





Figure AIV.1 : fiche JCPDS de la fluorine en fonction de l'angle de Bragg $2\theta$ <sup>[7]</sup> .....	328
Figure AIV.2 : fiche JCPDS de la fluorine en fonction de la distance interréticulaire <sup>[7]</sup> .....	329
Figure AIV.3 : différence de phase due à la diffraction par différentes zones de l'atome <sup>[90]</sup> . .....	330
Figure AIV.4 : positionnement et coordonnées de quelques atomes de F et de Ca dans la maille élémentaire de $\text{CaF}_2$ d'orientation [111]. .....	334



## Index des tableaux

Tableau II.2 : moyens d'observation et/ou de quantification des différents défauts liés à l'usinage. ....	59
Tableau IV.1 : intensités relatives, longueurs d'onde et largeur à mi-hauteur du spectre $\text{CuK}\alpha$ <sup>[87]</sup> .....	132
Tableau IV.2 : récapitulatif des paramètres utilisés pour les calculs suivants. ....	134
Tableau IV.3 : comparaison des distances interréticulaires calculées et obtenues d'après les tables JCPDS <sup>[7]</sup> .....	135
Tableau IV.4 : estimation des valeurs de l'angle de Bragg $2\theta$ en fonction de l'orientation cristallographique et de la longueur d'onde de référence.....	136
Tableau IV.5 : facteur de multiplicité des plans réticulaires pour un système cubique. ....	144
Tableau IV.6 : facteur de multiplicité, module du facteur de structure et facteur de polarisation de Lorentz calculés pour les différentes orientations. ....	145
Tableau V.1 : incertitude de mesure du degré de finition en fonction des orientations cristallographiques.....	160
Tableau V.2 : calcul de la fonction $3\Gamma$ pour les différentes orientations cristallographiques utilisées.....	161
Tableau V.3 : représentation par différentes couleurs et différents symboles de l'évolution du degré de finition au cours des usinages. ....	161



Tableau V.24 : résultats des calculs des paramètres de la droite de régression. ....	195
Tableau V.25 : résultats des calculs des nouveaux paramètres de la droite de régression. ....	197
Tableau V.26 : estimation du degré de finition (en Å) en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique (220) pour les lentilles polies MRF. ....	202







Tableau AIV.1 : filtres usuels pour la suppression de la raie $K\beta$ .	327
Tableau AIV.2 : comparaison des distances interréticulaires calculées et d'après les tables JCPDS.	331
Tableau AIV.3 : coefficients des fonctions des facteurs de structure <sup>[98]</sup> .	331
Tableau AIV.4 : classification des différentes valeurs des paramètres de dispersion selon les raies d'émission <sup>[98]</sup> .	333
Tableau AIV.5 : valeurs du coefficient B du facteur de température des atomes constituant la fluorine.	333
Tableau AIV.6 : coordonnées des atomes de fluor et de calcium dans la maille élémentaire.	335
Tableau AIV.7 : valeurs des facteurs de diffusion atomique simple, complexe et de température de $F^-$ .	336
Tableau AIV.8 : valeurs des facteurs de diffusion atomique simple, complexe et de température de $Ca^{2+}$ .	336

Tableau AIV.9 : facteur de structure calculé et facteur de structure obtenu d'après un logiciel de calcul .....	337
Tableau AIV.10 : comparaison des différentes valeurs du facteur de diffusion atomique de l'ion F <sup>-</sup> .....	339
Tableau AIV.11 : comparaison des différentes valeurs du facteur de diffusion atomique de l'ion Ca <sup>2+</sup> .....	342
Tableau AIV.12 : différentes valeurs des paramètres utilisés pour la simulation des courbes. ....	345
Tableau AIV.13 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	346
Tableau AIV.14 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	347
Tableau AIV.15 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	348
Tableau AIV.16 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	349
Tableau AIV.17 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	350
Tableau AIV.18 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	351
Tableau AIV.19 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	352
Tableau AIV.20 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	353
Tableau AIV.21 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	354
Tableau AIV.22 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	355
Tableau AIV.23 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	356
Tableau AIV.24 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	357

Tableau AIV.25 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	358
Tableau AIV.26 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	359
Tableau AIV.27 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	360
Tableau AIV.28 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	361
Tableau AIV.29 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	362
Tableau AIV.30 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	363
Tableau AIV.31 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	364
Tableau AIV.32 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	365
Tableau AIV.33 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	366
Tableau AIV.34 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	367
Tableau AIV.35 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	368
Tableau AIV.36 : évolution de la forme et de la position des profils de pôles à chaque étape de leur convolution avec les effets instrumentaux. ....	369









## Index des graphiques

Graphique I.1 : schéma d'une lentille possédant un dioptré asphérique et un dioptré sphérique convexe.....	20
Graphique I.2 : bande de transmission de la fluorine pour un échantillon de 10 mm d'épaisseur <sup>[2]</sup> .....	25
Graphique I.3 : représentation d'une demi-méridienne, génératrice d'une surface asphérique, calculée pour les paramètres $k=0$ , $R=259.462$ , $A_4=4.694978.10^{-8}$ , $A_6=8.983703.10^{-14}$ , $A_8=4.157879.10^{-17}$ et $A_{10}=-1.589387.10^{-21}$ (Équation I.1). .....	28
Graphique II.1 : représentation de la zone des SSD en fonction de la taille des abrasifs.....	49
Graphique II.2 : SSD (en $\mu\text{m}$ ) exprimé en fonction du $R_t$ de la rugosité de le surface SR (en $\mu\text{m}$ ). .....	51



Graphique IV.1 : exemple d'un profil discrétisé d'un pôle et la courbe continue représentative de ce profil.....	129
Graphique IV.2 : comparaison des profils d'émission pour la raie du cuivre avant (à gauche) et après (à droite) l'utilisation d'un filtre nickel. Les lignes en pointillés représentent le coefficient d'absorption massique du nickel. ....	133
Graphique IV.3 : profil initial (en rouge) calculé comme somme pondérée par les intensités des $L_{\lambda}$ pour une orientation particulière. ....	136

Graphique IV.4 : profil de la fonction instrumentale caractéristique de la largeur de fente de réception.....	137
Graphique IV.5 : profil de la fonction instrumentale caractéristique de la longueur de fente de réception.....	139
Graphique IV.6 : profil de la fonction instrumentale caractéristique du défaut de parallélisme.....	141
Graphique IV.7 : profil de la fonction instrumentale caractéristique de l'absorption des rayons X par l'échantillon.....	143
Graphique IV.8 : profil de la fonction instrumentale caractéristique du facteur de polarisation de Lorentz <sup>[92]</sup> pour $\theta$ compris entre $10^\circ$ et $88^\circ$ .....	146
Graphique IV.9 : profil localisé autour de l'angle de Bragg $2\theta_{111}$ de la fonction instrumentale caractéristique du facteur de polarisation de Lorentz pour une orientation particulière.....	146
Graphique IV.10 : profil total de la fonction instrumentale caractéristique de la cible des rayons X.....	148
Graphique IV.11 : profil total de la fonction instrumentale caractéristique de l'inclinaison de l'échantillon.....	148
Graphique IV.12 : profil total de la fonction instrumentale caractéristique de la divergence du faisceau.....	150
Graphique V.1 : profil théorique d'un pôle représentatif (en rouge) et les données discrètes issues du traitement des figures de pôles (en bleu).....	159
Graphique V.2 : exemple de représentation logarithmique de l'évolution du degré de finition en fonction des divers usinages et des diverses orientations cristallographiques sur la lentille L <sub>6</sub> .....	162
Graphique V.3 : principe de la méthode des moindres carrés sur les données expérimentales (en bleu) par rapport au modèle théorique (en rouge).....	163
Graphique V.4 : calcul du minimum de la fonction obtenue par la méthode des moindres carrés.....	164
Graphique V.5 : évolution du degré de finition de la lentille L <sub>1</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.....	166
Graphique V.6 : évolution du degré de finition de la lentille L <sub>2</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.....	167
Graphique V.7 : évolution du degré de finition de la lentille L <sub>3</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.....	168

Graphique V.8 : évolution du degré de finition de la lentille $L_4$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	169
Graphique V.9 : évolution du degré de finition de la lentille $L_5$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	170
Graphique V.10 : évolution du degré de finition de la lentille $L_6$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	171
Graphique V.11 : évolution du degré de finition de la lentille $L_7$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	172
Graphique V.12 : évolution du degré de finition de la lentille $L_8$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	173
Graphique V.13 : évolution du degré de finition de la lentille $L_9$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	174
Graphique V.14 : évolution du degré de finition de la lentille $L_{10}$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.....	175
Graphique V.15 : calcul des aires sous la courbe théorique et à partir des points issus des analyses de données.....	176
Graphique V.16 : exemple de représentation de la différence entre l'aire de la courbe théorique et l'aire obtenue à partir des données expérimentales.....	177
Graphique V.17 : calcul du zéro de la fonction par la méthode de la sécante.....	179
Graphique V.18 : évolution du degré de finition de la lentille $L_1$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	180
Graphique V.19 : évolution du degré de finition de la lentille $L_2$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	181
Graphique V.20 : évolution du degré de finition de la lentille $L_3$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	182
Graphique V.21 : évolution du degré de finition de la lentille $L_4$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	183
Graphique V.22 : évolution du degré de finition de la lentille $L_5$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	184
Graphique V.23 : évolution du degré de finition de la lentille $L_6$ en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	185

## Index des graphiques

Graphique V.24 : évolution du degré de finition de la lentille L <sub>7</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	186
Graphique V.25 : évolution du degré de finition de la lentille L <sub>8</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	187
Graphique V.26 : évolution du degré de finition de la lentille L <sub>9</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique. ....	188
Graphique V.27 : évolution du degré de finition de la lentille L <sub>10</sub> en fonction des usinages et de l'orientation cristallographique.....	189
Graphique V.29 : interpolation (en rouge) des données expérimentales (en bleu) et estimation de la différence entre les deux courbes (en vert).....	191
Graphique V.30 : comparaison entre les valeurs obtenues par les deux différentes méthodes de calcul de T (en Å). ....	192
Graphique V.31 : représentation en trois dimensions de la fonction f(a,b) caractérisant la droite de régression du nuage de points. ....	193
Graphique V.32 : comparaison entre les valeurs (en Å) obtenues par les deux méthodes de calcul de T (en rouge) et la droite représentative (en bleu) de l'ensemble du nuage de points. ....	196
Graphique V.33 : comparaison entre les valeurs (en Å) obtenues par les deux méthodes de calcul de T (en rouge) et la droite représentative (en bleu) d'une partie du nuage de points (T ≤ 600Å).....	196
Graphique V.34 : comparaison entre les résultats obtenus par les différentes méthodes de calcul pour des valeurs de T faibles (en rouge) et la droite représentative (en bleu) d'une partie du nuage de points (T ≤ 600 Å).....	198
Graphique V.35 : comparaison entre les résultats obtenus par les différentes méthodes de calcul de T (en rouge) et la droite représentative (en bleu) d'une partie du nuage de points (T ≤ 600 Å). ....	198
Graphique V.36 : estimation de la largeur à mi-hauteur des pics caractéristiques de la lentille A après polissage magnéto-rhéologique.....	201
Graphique V.37 : estimation de la largeur à mi-hauteur des pics caractéristiques de la lentille B après polissage magnéto-rhéologique.....	201

Graphique AII.1: profil d'un dioptre asphérique avec un rayon final différent de celui programmé.....	275
Graphique AII.2 : profil de la surface asphérique avec le nouveau rayon programmé. ....	275
Graphique AII.3 : profil asphérique après compensation des effets de l'usinage. La courbe rouge représente le profil des défauts générés par le programme. ....	276
Graphique AIV.1 : représentation des facteurs de diffusion atomique de l'ion $F^-$ (courbe en rouge) et de l'ion $Ca^{2+}$ (courbe en bleu).....	332
Graphique AIV.2 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables III (en bleu) de l'ion fluor .....	339
Graphique AIV.3 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables de Cullity (en bleu) de l'ion fluor .....	340
Graphique AIV.4 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables IV (en bleu) de l'ion fluor .....	340
Graphique AIV.5 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables III (en bleu) de l'ion calcium.....	343
Graphique AIV.6 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables de Cullity (en bleu) de l'ion calcium.....	343
Graphique AIV.7 : comparaison avec la courbe simulée (en rouge) et les données issues des tables IV (en bleu) de l'ion calcium .....	344
Graphique AV.1 : mesure de largeur à mi-hauteur de la fonction représentative du pic de diffraction de l'échantillon. ....	396
Graphique AV.2 : fonction gaussienne représentative du pic de diffraction de l'échantillon pour les paramètres $A=B=C=D=1$ .....	397
Graphique AV.3: détermination des paramètres A, C et D sur la courbe gaussienne.....	398
Graphique AV.4 : fonction lorentzienne représentative du pic de diffraction de l'échantillon pour les paramètres $A=B=C=D=1$ .....	401

## Index des graphiques

- Graphique AV.5: détermination des paramètres A, C et D sur la courbe lorentzienne. .... 402
- Graphique AV.6 : équation d'une gaussienne (en rouge), d'une lorentzienne (en bleu) et de la fonction de Voigt correspondante (en vert) pour  $c_1=c_2=c_5=c_6=1$  et  $c_3=c_4=c_7=c_8=0$ ..... 404
- Graphique AV.7 : équation d'une gaussienne (en rouge), d'une lorentzienne (en bleu) et de la pseudo-fonction de Voigt correspondante (en vert) pour  $\eta=0.834$  et  $c_1=c_2=c_5=c_6=1$  et  $c_3=c_4=c_7=c_8=0$ . ..... 406



## Index des équations

Équation I.1 .....	19
Équation II.1 .....	48
Équation II.2 .....	51
Équation II.3 .....	51
Équation II.4 .....	55
Équation II.5 .....	55
Équation II.6 .....	55
Équation II.7 .....	55
Équation IV.1 .....	115
Équation IV.2 .....	115
Équation IV.3 .....	115
Équation IV.4 .....	132
Équation IV.5 .....	132
Équation IV.6 .....	132
Équation IV.7 .....	133
Équation IV.8 .....	135
Équation IV.9 .....	135
Équation IV.10 .....	135
Équation IV.11 .....	137
Équation IV.12 .....	137
Équation IV.13 .....	140
Équation IV.14 .....	140



## Index des équations

Équation IV.15 .....	140
Équation IV.16 .....	140
Équation IV.17 .....	141
Équation IV.18 .....	142
Équation IV.19 .....	142
Équation IV.20 .....	142
Équation IV.21 .....	142
Équation IV.22 .....	144
Équation IV.23 .....	144
Équation IV.24 .....	144
Équation IV.25 .....	145
Équation IV.26 .....	147
Équation IV.27 .....	148
Équation IV.28 .....	149
Équation IV.29 .....	150
Équation IV.30 .....	150
Équation IV.31 .....	151
Équation IV.32 .....	152
Équation V.1.....	156
Équation V.2.....	156
Équation V.3.....	160
Équation V.4.....	163
Équation V.5.....	164
Équation V.6.....	165
Équation V.7.....	176

## Index des équations

Équation V.8.....	177
Équation V.9.....	178
Équation V.10.....	178
Équation V.11.....	179
Équation V.12.....	193
Équation V.13.....	194
Équation V.14.....	194
Équation V.15.....	194
Équation V.16.....	194
Équation V.17.....	194
Équation V.18.....	194
Équation V.19.....	194
Équation V.20.....	195
Équation V.21.....	197
Équation V.22.....	200
Équation AIII.1 .....	286
Équation AIV.1 .....	330
Équation AIV.2 .....	331
Équation AIV.3 .....	332
Équation AIV.4 .....	333

## Index des équations

Équation AIV.5 .....	335
Équation AIV.6 .....	336
Équation AV.1.....	397
Équation AV.2.....	399
Équation AV.3.....	399
Équation AV.4.....	399
Équation AV.5.....	399
Équation AV.6.....	399
Équation AV.7.....	400
Équation AV.8.....	400
Équation AV.9.....	400
Équation AV.10.....	400
Équation AV.11.....	403
Équation AV.12.....	403
Équation AV.13.....	403
Équation AV.14.....	403
Équation AV.15.....	403
Équation AV.16.....	403
Équation AV.17.....	403
Équation AV.18.....	404
Équation AV.19.....	405
Équation AV.20.....	405
Équation AV.21.....	405
Équation AV.22.....	407

## **Index des théorèmes**

Théorème V.1 : théorème de Rolle .....	164
Théorème V.2 : théorème des bornes .....	165
Théorème V.3 : théorème des valeurs intermédiaires .....	178