
Caractérisation des poudres nanocristallines en utilisant MAUD

Daniel Chateigner,

Université de Caen Basse Normandie, CRISMAT-ENSICAEN

daniel.chateigner@ensicaen.fr

Les assemblées polycristallines (nanopoudres) dont les tailles de cristallites sont de l'ordre de quelques mailles élémentaires présentent des diagrammes de diffraction présentant des raies très élargies. Les forts recouvrements de pics nécessitent alors un traitement du profil de raies. L'analyse du profil complet de tels diagrammes par méthode de Rietveld [1] étendue à la microstructure offre la possibilité d'accéder dans de tels cas aux tailles (défauts 3D) et formes (anisotropies de tailles) moyennes des nanocristaux, ainsi qu'aux microdistortions (défauts 0D) et à d'autres défauts de types 1D ou 2D. Une des approches pour modéliser la forme moyenne des cristaux consiste à l'approcher par décomposition en séries harmoniques (méthode de Popa [2]). Dans le cas où d'autres effets sont visibles dans les diagrammes de diffraction (structure, texture, contraintes résiduelles ...), l'analyse a été étendue pour leur caractérisation simultanée, dans une approche appelée "Analyse Combinée" [3], qui a montré son efficacité dans les 15 dernières années. Si très peu de poudres sont accessibles, ou si des informations locales sont pertinentes, cette méthode peut être utilisée pour l'analyse de diagrammes de Debye-Scherrer mesurés par microscopie électronique en transmission.

Nous pratiquerons ce type d'analyses sur un ou deux exemples de diagrammes de nanopoudres, en nous familiarisant avec le programme MAUD, le seul permettant cette approche. Les participants désirant travailler sur leur propre portable (solution préférée) pourront télécharger MAUD au préalable, voire s'entraîner en utilisant les exemples en ligne disponibles à:

<http://www.ecole.ensicaen.fr/~chateign/formation/>

[1] Rietveld (1969): A profil refinement method for nuclear and magnetic structures, JAC 2, 65-71

[2] Popa (1998): The (hkl) dependence of diffraction-line broadening caused by strain and size for all Laue groups in Rietveld refinement, JAC 31, 176-180

[3] D. Chateigner Ed.: Combined analysis: structure-texture-microstructure-phase-stresses-reflectivity analysis by x-ray and neutron scattering, 2010, Wiley-ISTE, 496p. ISBN: 978-1-84821-198-8
