

Analyse Combinée : diffraction, fluorescence, μ -Raman, une rétrospective

D. Chateigner¹, L. Lutterotti²

¹Laboratoire CRISMAT, Normandie Université ENSICAEN UMR CNRS 6508, Université de Caen Normandie, IUT-Caen, 6 Boulevard du Maréchal Juin, 14050 Caen cedex 04, France

²Department of Industrial Engineering, University of Trento, via Sommarive 9, 38123 Trento, Italy
daniel.chateigner@ensicaen.fr

L'Analyse Combinée « classique » ne considère que des diagrammes de diffraction. A la fin des années 1990, l'analyse couplée dite « RTA » pour Rietveld Texture Analysis, a ouvert la possibilité de traiter un ensemble de diagrammes de diffraction pour traiter l'analyse de texture de matériaux anisotropes. En utilisant des neutrons d'abord pour bénéficier des seuls détecteurs multiples disponibles à cette époque, pour permettre une acquisition suffisamment rapide. Puis rapidement par diffraction X, en adjoignant la mesure et la quantification d'autres caractéristiques échantillons, contraintes résiduelles, pourcentages de phases, tailles de cristaux et microdéformations, et même épaisseurs d'échantillons multicouches. L'incorporation couplée de l'analyse par réflectivité X apparaît lors du programme Européen ESQUI en 1999. Ce couplage permet de consolider la détermination des épaisseurs d'un ensemble multicouches par exemple. Cette vue indépendante du signal de diffraction permet d'envisager l'incorporation d'autres mesures.

Dans les années 2014-2018, l'implémentation des techniques de fluorescence X offre encore une autre vue du même échantillon, via l'analyse élémentaire, éventuellement couplée à une mesure de fluorescence en incidence rasante. Les deux approches, diffraction et fluorescence, bénéficient mutuellement de leur complémentarité.

Puis le programme Européen SOLSA (2016-2021) fait naître l'utilité d'une sonde à courte distance, et la spectrométrie vibrationnelle Raman est envisagée. Cette fois le travail sur profil complet reste difficile d'un point de vue temps de calcul, et une vue statistique en μ -Raman est choisie.

Utiliser le maximum d'informations présentes dans des diagrammes de diffraction et de diffusion, au sein d'un même programme, pour éviter les biais introduits nécessite une méthode d'ajustement global. L'analyse de Rietveld, étendue, ou Analyse Combinée, s'est progressivement développée pour prendre en compte de plus en plus de paramètres microstructuraux, élémentaires et structuraux.

Nous montrerons les derniers développements de l'Analyse Combinée dans le logiciel Material Analysis Using Diffraction (MAUD).

