

# Caractérisation des matériaux par analyse combinée

Luca Lutterotti<sup>a,b</sup>, Daniel Chateigner<sup>b</sup>, Hans-Rudolf Wenk<sup>c</sup>, Siegfried Matthies<sup>d</sup>,  
Giancarlo Peponi<sup>e</sup>

<sup>a</sup> Dipartimento di Ingegneria Industriale, Università di Trento, Italy

<sup>b</sup> CRISMAT-ENSICAEN, Université de Caen Basse-Normandie, Caen, France

<sup>c</sup> Earth and Planetary Science Department, University of California at Berkeley,  
Berkeley, CA, USA

<sup>d</sup> Mueller-Berset-Strasse 3, 01309 Dresden, Germany

<sup>e</sup> Center for Materials and Microsystems, Fondazione Bruno Kessler, Trento, Italy

L'Analyse Combinée est née de l'idée de combiner des techniques de caractérisations différentes et donc complémentaires au sein d'un même outil d'analyse, le plus complet et exhaustif possible. Au départ centrée sur l'analyse par diffraction de rayonnements, celle-ci s'étend à d'autres types d'analyses.

Pour l'instant, nous avons réussi à combiner différentes techniques quantitatives de diffraction X, neutrons et électrons, en un outil puissant capable d'analyser simultanément la structure cristalline, la microstructure, la texture, les phases et les contraintes résiduelles [1]. En utilisant un seul instrument d'analyse et de mesure, nous pouvons maintenant obtenir toutes ces informations, même dans le cas où des techniques séparées ne sont pas opérantes en raison de superposition d'effets. L'Analyse Combinée des données est réalisée en une seule étape par affinement de toutes les données dérivées de la méthode de Rietveld, ce qui permet d'analyser des échantillons contenant des matériaux polyphasés, texturés, avec des contraintes résiduelles et/ou des structures partiellement ou totalement inconnues [2]. Nous avons étendu cette méthode à l'étude des films minces et multicouches et, plus récemment, avons couplé l'Analyse Combinée à la mesure de réflectivité spéculaire des rayons X, une technique puissante pour étudier la structure d'empilements et architectures minces [3].

Cette méthodologie a été adoptée par plusieurs établissements (synchrotron et neutrons) et plusieurs laboratoires au monde, comme l'une des seules techniques capable d'analyser les matériaux sous hautes pressions ou des matériaux fonctionnels où la texture, les déformations et la microstructure sont fortement couplés et déterminent les propriétés du matériau. Elle peut être facilement appliquée à de nouveaux instruments avec plusieurs détecteurs pour étudier le comportement in situ des matériaux.

Dans beaucoup de cas pour lesquels la diffraction, seule, n'est pas suffisante, nous sommes amenés à progressivement intégrer d'autres techniques. Nous avons commencé à intégrer l'analyse par fluorescence X (XRF). Cette dernière peut être facilement être incorporée d'un point de vue instrumental car elle utilise des sources de rayons X similaires à celles que la diffraction ou la réflectivité utilisent. Le couplage avec la fluorescence permet ainsi d'être plus sensible à la composition chimique des phases mais aussi d'améliorer l'analyse XRF en vertu d'une correction automatique de l'effet de matrice (celui-ci correspond en fait aux corrections d'absorption/volume de la diffraction, déjà incorporés dans le programme MAUD) en connaissant la composition des phases.

Nous visons principalement à obtenir un outil généralisé pour l'analyse globale des matériaux réels, de manière non destructive, pour améliorer les connaissances sur les problèmes difficiles où l'utilisation d'une seule technique s'est révélée être insuffisante pour une caractérisation correcte.

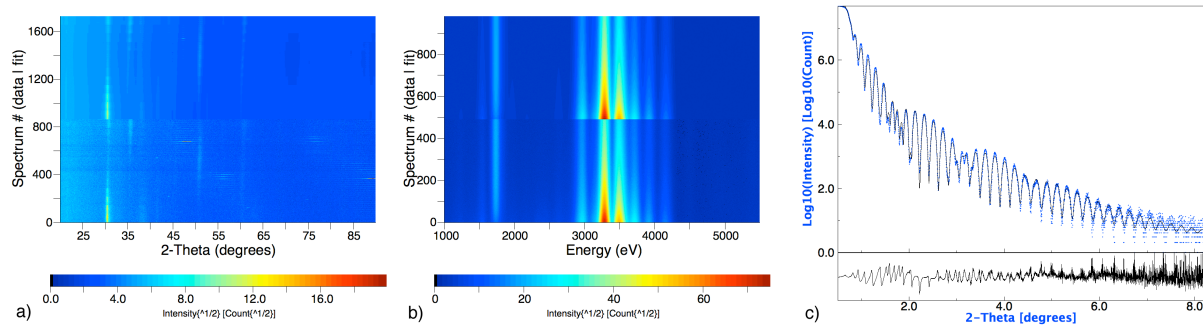


Figure 1 : Analyse combinée d'une tri-couche  $\text{In}_2\text{O}_3\text{-Ag-In}_2\text{O}_3$  [4] sur (100)-Si par: a) diffraction, b) XRF et c) réflectivité. L'échantillon montre aussi une forte texture et de fortes contraintes résiduelles.

### Acknowledgements

Ce travail a bénéficié du support financier partiel du projet INTERREG MEET "Materials for Energy Efficiency

in Transport"



### Références :

- [1] L. Lutterotti, S. Matthies and H.-R. Wenk, A. J. Schultz and J. W. Richardson, J. Appl. Phys., **81**[2] (1997) 594
- [2] L. Lutterotti, Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, B, **268** (2010) 334
- [3] L. Lutterotti, D. Chateigner, S. Ferrari and J. Ricote, Thin Solid Films, **450** (2004) 34
- [4] B. Caby, E. Nolot, CEA-LETI, Grenoble