

*Université de BBA
Faculté des sciences et technologie
Département de SM
Cours de matériaux et énergie renouvelable
mesures*

1= Partie 1

.

- Chap1 : diffusion et diffraction des rayons X
- Chap2 : Topographie aux rayons X

2- partie 2

- Chap3 : Microscope électronique à transmission
- Chap4 : Réalisation d'une image par MET
-

3- Partie 3

- Chap5 : Microscope électronique à balayage
- Chap6 : Réalisation d'une image par MEB

4- Partie 4

- Chap7 : Micro-analyse par faisceau d'électrons
- Chap8 : Réalisation d'une image par faisceau d'électrons

Diffusion et diffraction des rayons X

1- Introduction

Le développement scientifique en science des matériaux ont créé des nouveaux besoins en matière de dispositifs optiques de focaliser les rayons X avec une bonne résolution en position d'énergie.

2- Généralité

Soit un faisceau de rayon X dirigé suivant ' i ' et frappant un échantillon ' c ' qui suppose constitue une seule phase cristalline. Il y a plusieurs façons d'avoir le phénomène de diffraction et de diffusion, chaque famille de plans réflecteurs recevant le rayonnement incident sous l'angle θ , sélectionnera la longueur d'onde satisfaisant la loi de Bragg pour donner un faisceau diffracté. Sur un film photographique la trace des faisceaux diffractés ; on obtiendra un cliché de Laue ou de Debye-Scherrer.

3- Cliché de Laue

Le cliché de Laue est resté un emploi courant pour orienter un monocristal de structure connue et donne des informations sur la symétrie du cristal. La diffraction se produira par les plans reflétant l'orientation qui satisfaisant la loi de Bragg.

4- Cliché de Debye-Scherrer

Si un échantillon de petite taille placé au centre d'une chambre photographique cylindrique, on obtiendra un diagramme de Debye-Scherrer. Par conséquent on peut déduire les paramètres atomiques et certains symétrie de la structure cristalline.

5- Remarque

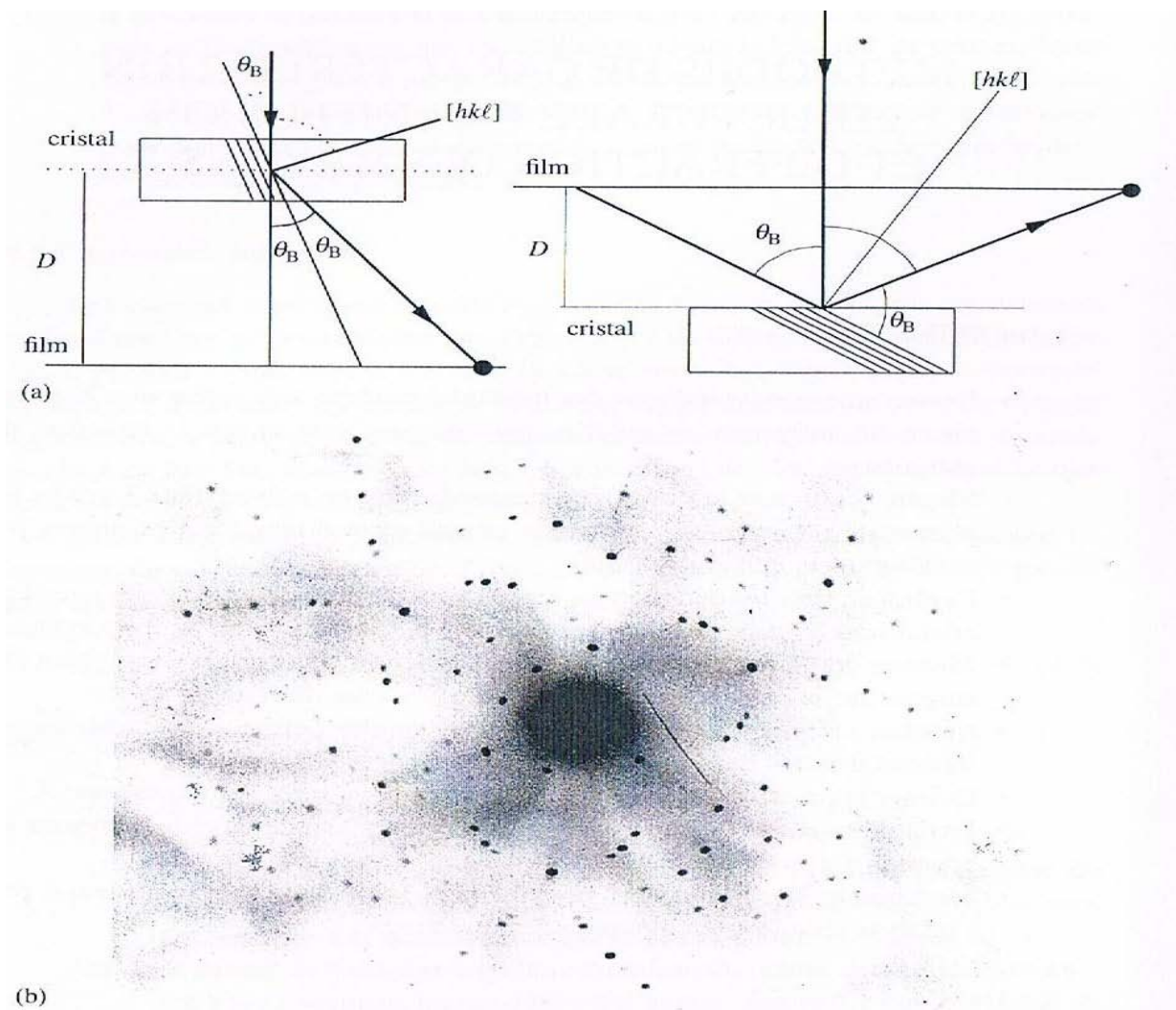
Il faut faire varier l'angle d'incidence pour réaliser la loi de Bragg.

6- Cliché de cristal tournant

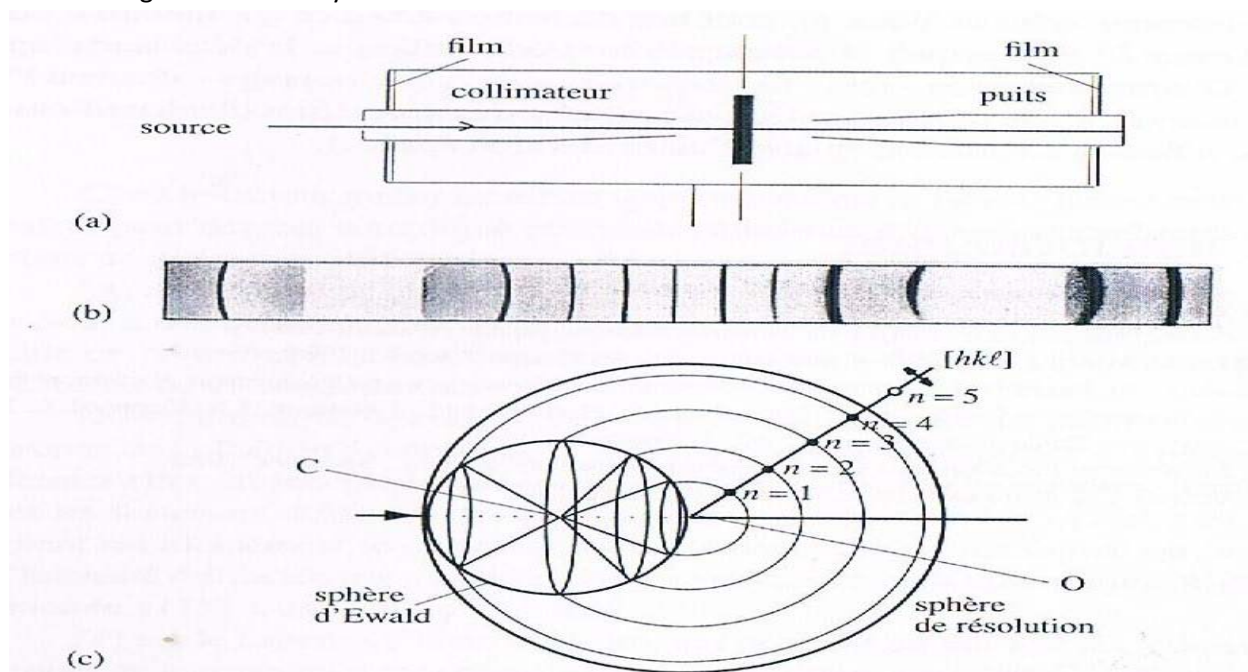
En enregistrant sur le film, la trace des faisceaux X diffractés à différents instants, correspondant au passage de l'échantillon par une incidence de Bragg pour une longueur d'onde imposée. Après tels clichés, on peut en principe déterminer complètement la structure cristalline et de mesurer leurs paramètres.

7- Représentation photographique

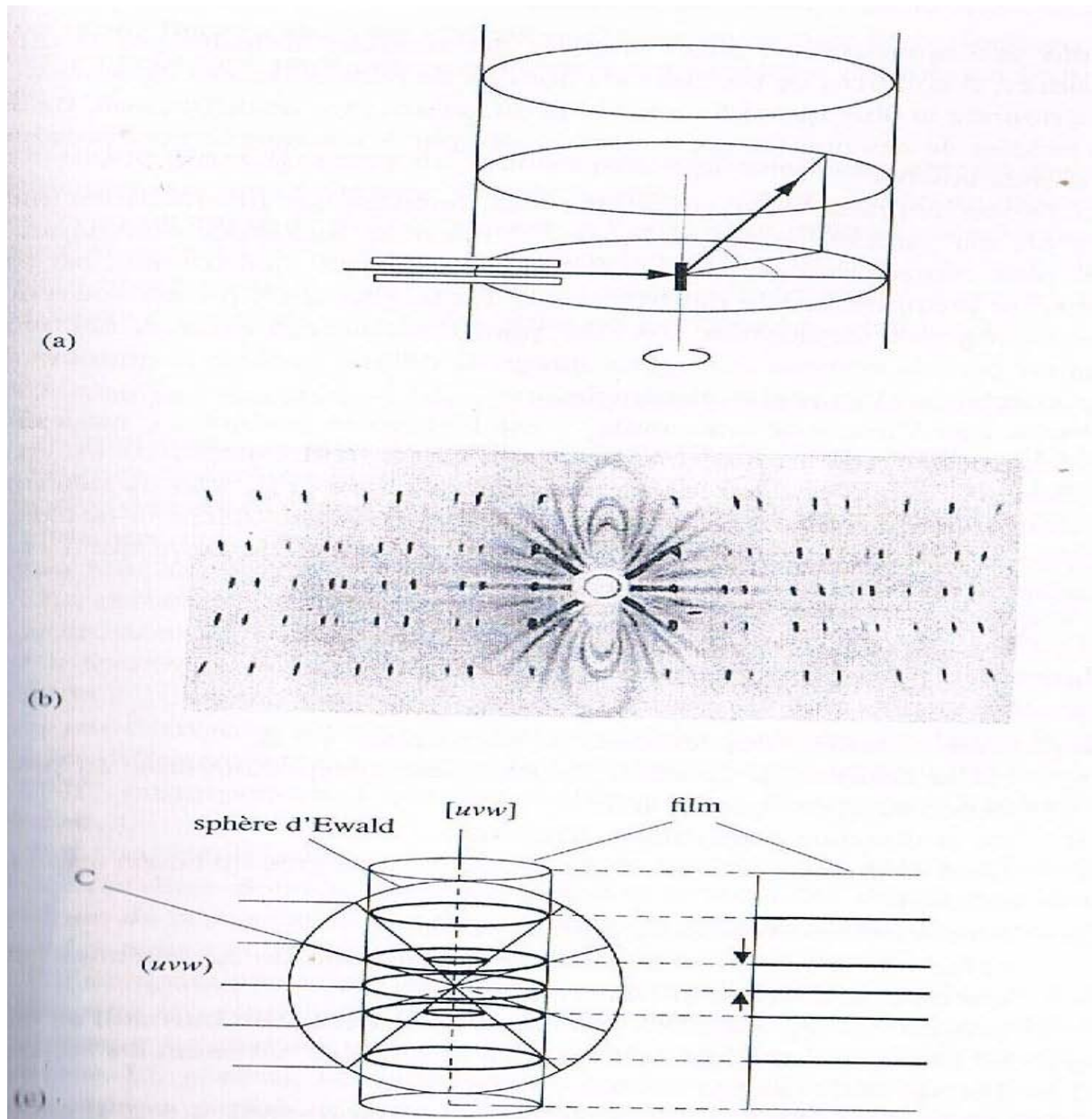
- Diagramme de Laue



- Diagramme de Debye-Scherrer



- Digramme de cristal tournant



Topographie aux rayons X

1- Introduction

Le topographie au rayon X est une technique d'imagerie des défauts cristallins. Elle n'est sensible qu'à des champs de déformation élastique s'étendant sur plusieurs micromètre (par dislocation)

2- Méthode de Lang

C'est une méthode de topographie en transmission qui permet la caractérisation d'échantillon monocristallin. Ce monocristallin contenant une très faible densité de défauts.

$$\frac{(f_1 + S_h)}{L} \leq \theta_{K\alpha 1} - \theta_{K\alpha 2}$$

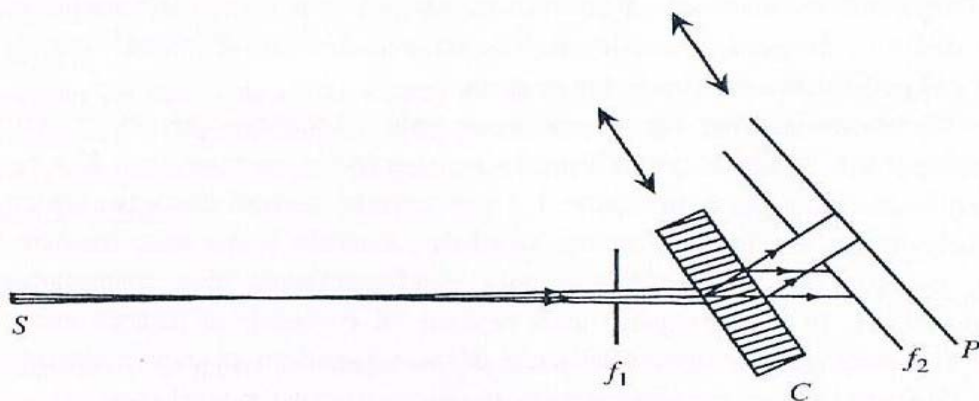


Fig. 6.1 Schéma de principe de la méthode de Lang.

3- Méthode de Berg-Barrett

C'est une méthode de topographie par réflexion

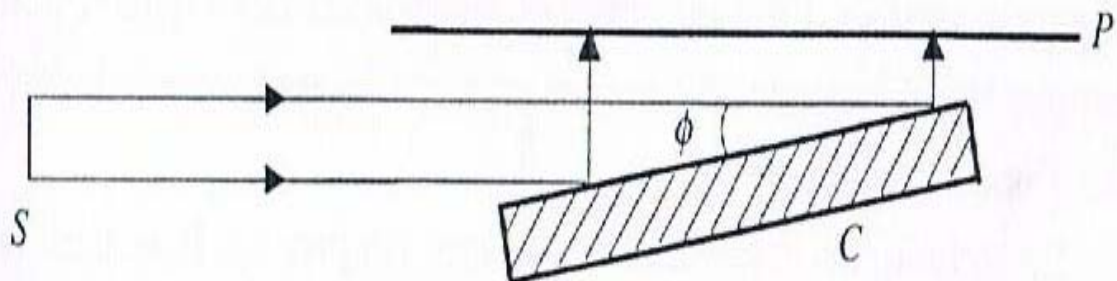


Fig. 6.2 Schéma de principe de la méthode de Berg-Barrett.

4- Caractérisation de monocristaux

Un grand nombre de cristaux de dimension faible (surface cm^2 et épaisseur mm) est observé par la méthode de Lang. Le meilleur exemple est celui des matériaux semi-conducteurs pour caractériser les dislocations de croissance. La topographie au rayon X révèle d'autres défauts cristallins que les dislocations.

5- Etude des transitions de phase

La topographie au rayon X est également utilisée pour suivre la migration à l'interface du solide. On cherche par exemple à mettre en évidence le rôle des défauts cristallins introduit par une contrainte.

Microscope électronique à transmission

1- Introduction

On utilise le microscope électronique à transmission pour fournir une image de la structure d'un matériau. Le principe fondamental de microscope électronique à transmission est basé sur diverses lentilles électromagnétiques.

2- Composition d'un microscope électronique à transmission

a- Canon à électron

Cathode d'électron sous l'action d'un changement de température permet de gérer un ensemble d'électrons, puis on utilise un canon pour accélérer les électrons. Généralement on utilise une énergie de l'ordre de 100 keV.

b- Lentilles électromagnétiques

Des lentilles minces pour conserver la trajectoire des électrons après l'accélération.

3- Schéma d'un microscope électronique à transmission

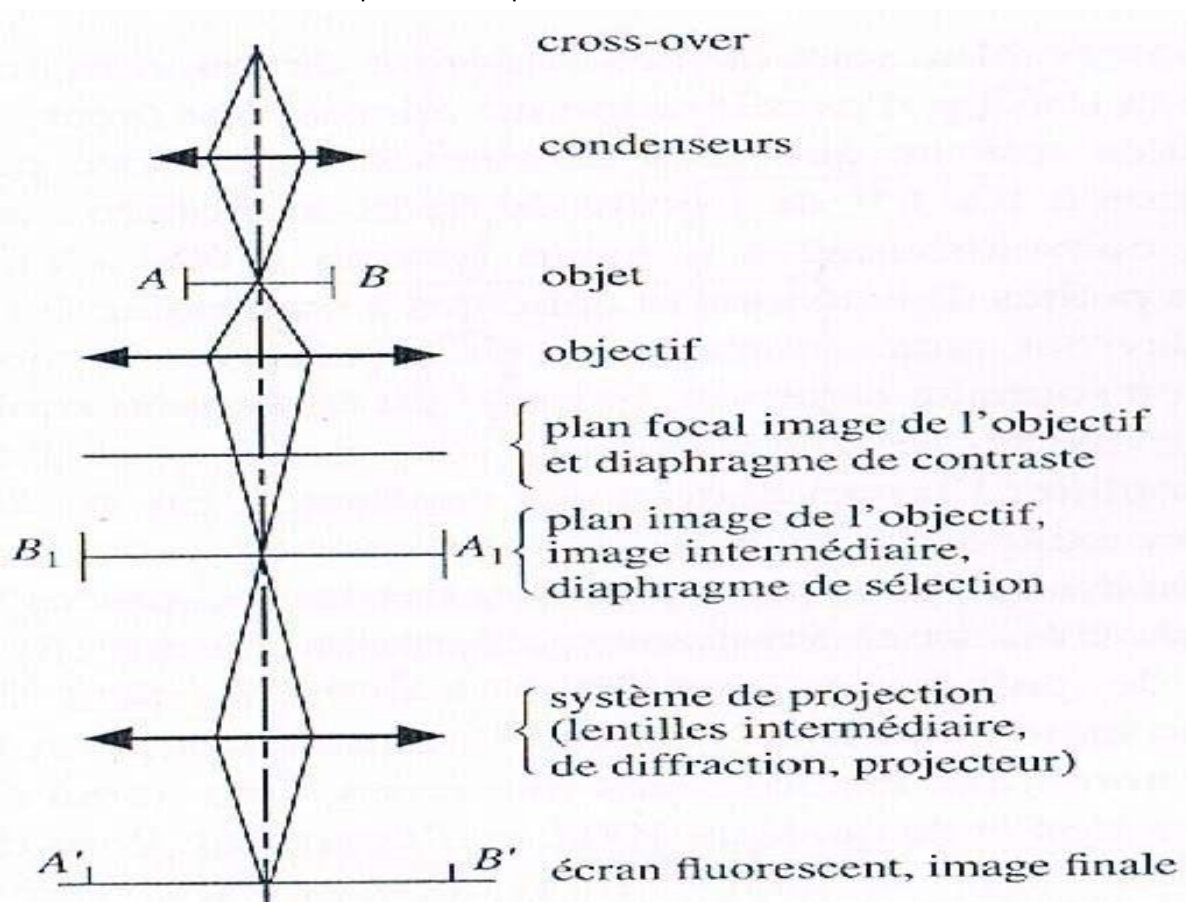


Fig. 7.3 Schéma du microscope à transmission.

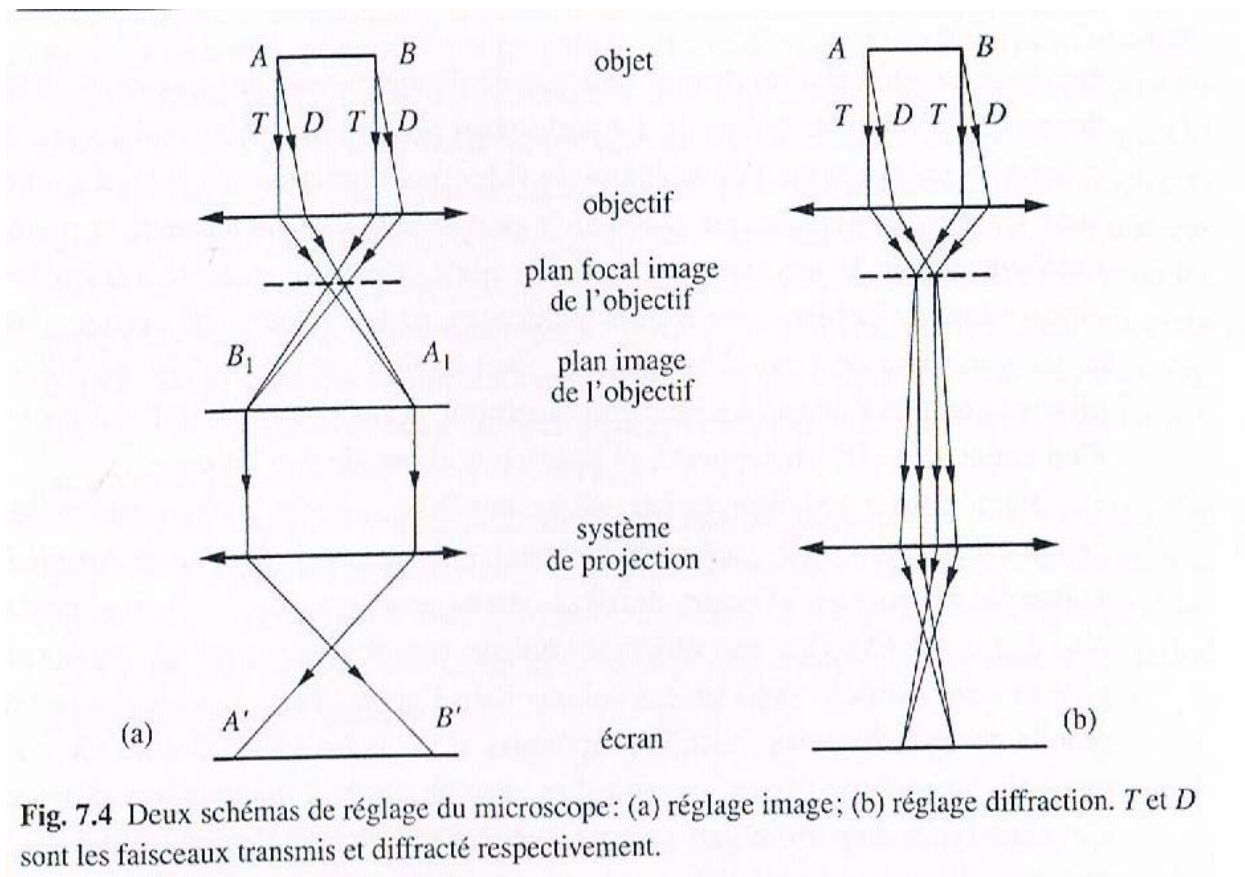


Fig. 7.4 Deux schémas de réglage du microscope: (a) réglage image; (b) réglage diffraction. *T* et *D* sont les faisceaux transmis et diffracté respectivement.

4- Méthodes de préparation des lames minces

Généralement, on utilise des lames minces pour microscope électronique à transmission pour voir mieux l'image de la structure de matériau.

- a- Polissage chimique pour nettoyer le solide: des méthodes chimiques et physiques permettent de réaliser cet étape.
- b- Bombardement ionique pour arracher des atomes superficiels.

5- Microscope électronique à hautes tension

Réaliser en 1960

- Améliorer la limite de résolution
- Augmenter les épaisseurs de lames à observer.

6- Défauts de microscope électronique à transmission

De façon générale les lentilles de composition géraient des inconvénients à l'image réaliser. Une bonne image par microscope électronique à transmission sera caractériser par une faible limite de résolution.

Microscope électronique à balayage

1- Origine physique

L'isotope des solides sont obtenues pour faible déplacement des atomes. La force de rappel peut être considérer comme proportionnelles aux déplacements. Généralement le microscope électronique à balayage permet d'avoir une image de haute résolution. Par conséquent il est plus développer et plus sophistiquer par rapport au microscope électronique à transmission.

2- Schéma de microscope électronique à balayage

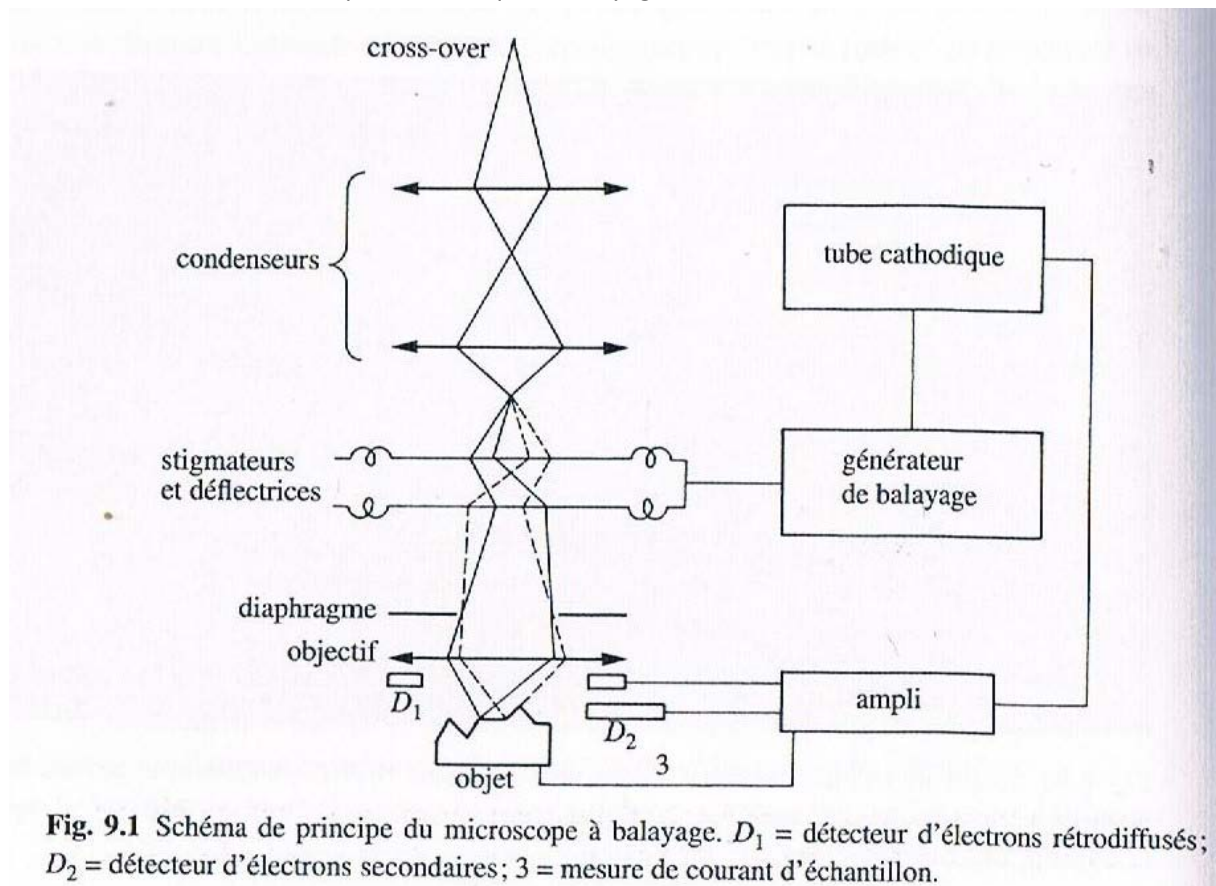


Fig. 9.1 Schéma de principe du microscope à balayage. D_1 = détecteur d'électrons rétrodiffusés; D_2 = détecteur d'électrons secondaires; 3 = mesure de courant d'échantillon.

3- Production du faisceau focalisé sur l'échantillon

- La source d'électron est un canon très sensible à celui de microscope électronique à transmission
- Trois types de filament de tungstènes
- Accélération des électrons est plus faible par rapport au microscope électronique à transmission
- Groupe de lentilles électromagnétique est très organiser
- Bobine électromagnétique pour faire le balayage

4- Système de détection

Le faisceau d'électrons résultante permet de réaliser l'image correspondante. Cette image contiendra des informations spécifiques sur notre échantillon. Le cliché produit peut être analysé pour exprimer des propriétés structurales et paramétriques de la matière considérée.

Micro-analyse par faisceau d'électrons

1- Introduction

L'étude de certains aspect de l'interaction d'un faisceau d'électrons avec un échantillon, réalise une analyse à l'échelle micromètres (μm). Les électrons incidents permettent d'arracher des électrons Auger ou un rayonnement de rayon X qui portent des informations secondaires sur notre matière.

2- Interaction d'un faisceau d'électrons avec un échantillon

Lorsque les électrons de haute énergie frappent un solide, il se produit une émission des rayons X ($0.1\text{Å} - 100\text{Å}$) qui caractérisent des éléments présents dans le solide. Par exemple, on peut avoir une information sur la composition chimique de notre solide dans un point considéré.

3- Absorption photoélectrique

- L'effet Compton consiste la diffusion inélastique d'un photon par un électron.
- L'effet Thomson est lié à la diffusion élastique d'un photon par un électron.

4- Fibres de polymère par micro-analyse d'un électron

- Grande résistance à la traction
- Grande rigidité longitudinale
- Coefficient de dilatation longitudinale très faible
- Fragile au choc

5- Fibres de verre par micro-analyse d'un électron

- Bonne résistance thermique et électrique
- Bonne résistance à l'humidité
- Bonne compatibilité avec les matériaux organiques

6- Excitation et désexcitation d'un atome

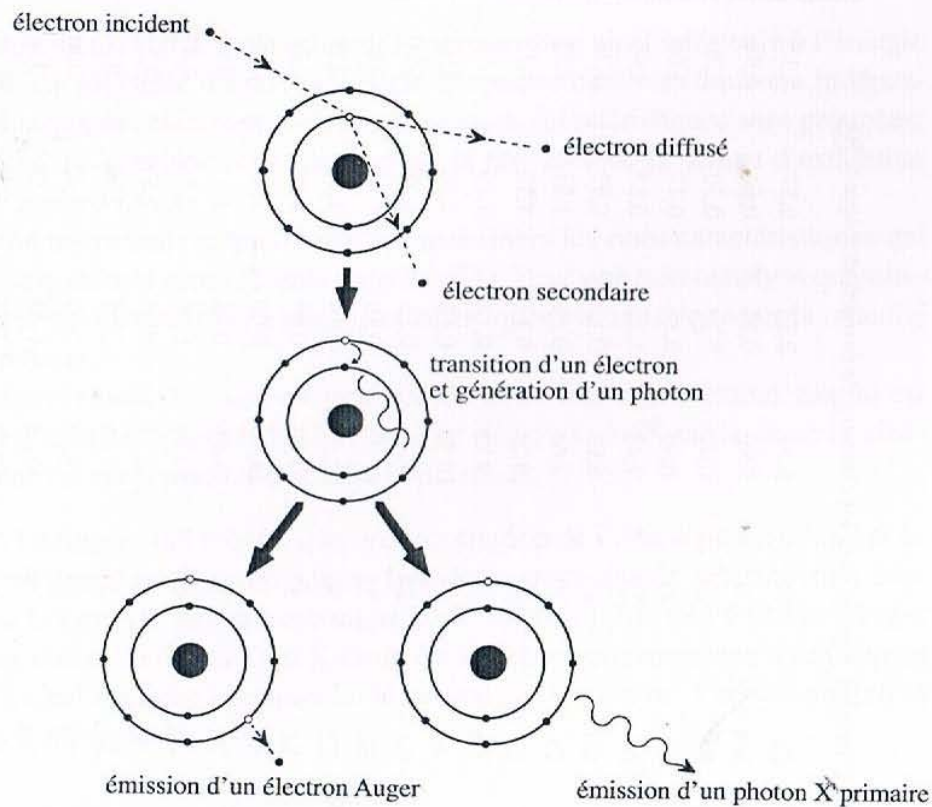


Fig. 10.5 Représentation schématique du processus d'excitation et de désexcitation d'un atome au cours d'un choc inélastique avec un électron.

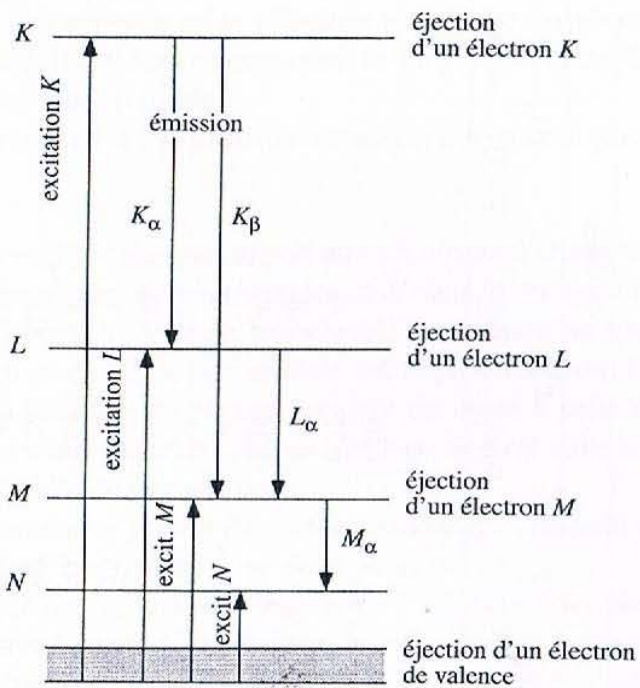


Fig. 10.6 Niveaux d'énergie d'un atome correspondant à divers processus d'excitation et de désexcitation. Le nom des raies caractéristiques émises est indiqué.