

AFC 2008 Rennes

(www.afc2008.univ-rennes1.fr)

Colloque IVA : Imagerie et diffraction nanométrique

Eléonore WELCOMME^{1,4}, P. Bleuet², E. Dooryhée³, P. Walter¹, J. Susini², R. Tucoulou²,
P. Cloetens², H. Palancher⁴, J.L. Hodeau³

¹Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France, CNRS-UMR 171, 14, quai F.
Mitterrand 75001 Paris, France

²European Synchrotron Radiation Facility, BP 220, 38043 Grenoble Cedex France

³Institut Néel - CNRS-UPR 2940 et Université Joseph Fourier, 25 avenue des Martyrs, BP 166,
38042 Grenoble Cedex 9, France

⁴CEA Centre de Cadarache - DEN/DEC/SESC/LLCC 13108 Saint Paul lez Durance Cedex
France

Tomographie submicronique par diffraction de rayons X focalisés

La tomographie par rayons X permet de reconstruire numériquement en 3 dimensions la morphologie, les densités électroniques, ainsi que la composition élémentaire d'un échantillon de petite taille à partir de l'absorption, de la diffusion et de la fluorescence X respectivement. Nous montrons ici qu'il est possible de se baser aussi sur la diffraction élastique des rayons X. Cette nouvelle méthode permet d'obtenir une cartographie 3D des phases cristallines constituant un échantillon, sans connaissance a priori de sa composition. Son développement est le fruit d'une collaboration entre le CNRS (C2RMF et l'Institut Néel) et l'ESRF (ID22). Une adaptation spécifique de l'algorithme de reconstruction a du être réalisée afin de traiter le signal de diffraction de rayons X, collecté à l'aide d'une caméra CCD bidimensionnelle avec un faisceau monochromatique focalisé.

La démonstration de la sensibilité de cette technique a été réalisée sur un échantillon carboné polyphasé de petite taille scanné par un faisceau de taille micrométrique. Une précédente étude avait montré la présence d'une phase de diamant ainsi que celle d'une phase de carbone sp³ amorphe [2] de densité électronique et de composition élémentaire très similaires. La localisation de ces phases (fig.1) n'a pu être obtenue que grâce à cette nouvelle méthodologie : la tomographie par DRX [3]. De plus, il a été montré que le traitement des données par analyse inverse offrait la possibilité d'extraire les diagrammes de diffraction purs de phases mêmes diluées (<1%) dans des mélanges hétérogènes complexes.

Lors d'une seconde étape, cette technique a été appliquée à l'analyse d'un combustible nucléaire envisagé pour les réacteurs de recherche. L'élément combustible est composé de billes d'alliages constituées d'UMo diluées dans une matrice aluminium. Cependant une couche d'interaction d'épaisseur micrométrique apparaît à l'interface entre les billes et la matrice lors du fonctionnement en réacteur. Une première étude par μ -DRX avait montré l'hétérogénéité de cette couche d'interaction [4] sans pouvoir cependant permettre d'associer sa composition et la morphologie observée par microscopie (fig.2). Des mesures de tomographie par DRX, à l'aide d'un faisceau de 100 nm, se sont avérées alors tout à fait adaptées à cet échantillon de taille plus réduite (<50 μ m) et de nature plus absorbante. Ainsi, il a été possible d'appréhender la nature des phases et leur organisation complexe au sein de l'échantillon.

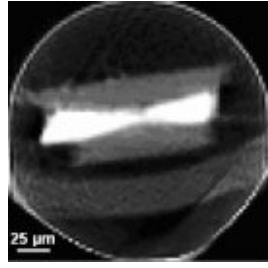


Fig. 1 : Reconstruction d'une coupe virtuelle de l'échantillon (centre : diamant - périphérie : carbone sp^3)

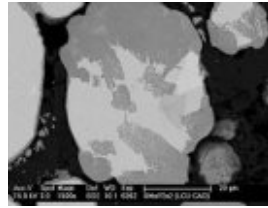


Fig. 2 : Observation au MEB de billes d'UMo après traitement thermique.)

[1] Golosio B., Simionovici A., Somogyi A., Lemelle L. Chukalina M., Brunetti A., J. Appl. Phys. (2003) 94, 145.

[2] Hodeau J. L., Tonnerre J. M., Bouchet-Fabre B., Nunez-Regueiro M., Capponi J. J. & Perroux M. Phys. Rev. B, (1994) 50, 10311.

[3] Bleuet P., Welcomme E., Dooryhée E., Susini J., Hodeau J.-L., Walter P., Nature Materials, sous presse (2008).

[4] Palancher H., Martin P., Nassif V., Tucoulou R., Proux O., Hazemann J.-L., Tougait O., Lahéra E., Mazaudier F., Valot C. and Dubois S., J. Appl. Cryst. (2007) 40, 1064.