

Instrument de microdiffraction Laue

L'instrument [1] installé en 2006 et amélioré en 2012 est pour l'instant encore unique en Europe. Il permet d'une part d'étudier des matériaux plus proches des applications (étendant ainsi la gamme d'échantillons étudiés sur la ligne) et d'autre part de réaliser des expériences de recherche fondamentale requérant une résolution latérale sub-micronique. Il est particulièrement bien adapté à une source d'aimant de courbure à l'ESRF.

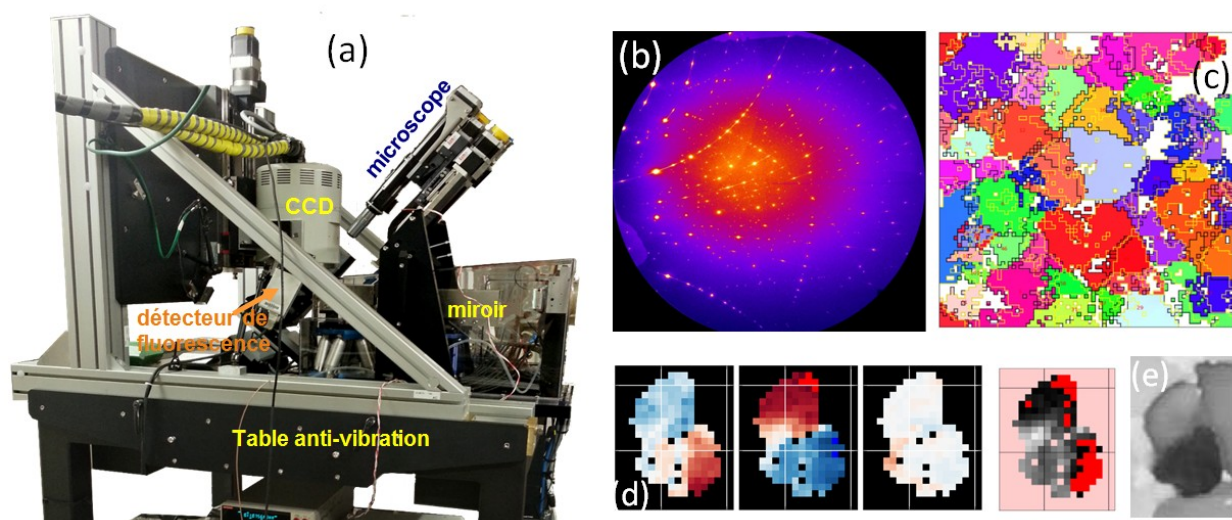
Parmi les domaines concernés on peut citer les matériaux pour l'énergie (piles à combustible de type oxyde, combustible nucléaire), les circuits intégrés complexes élaborés en microélectronique (interconnexions 2D et 3D), les matériaux de structure (superalliages pour les turbines, alliages à mémoire de forme, aciers pour les canalisations des centrales), et les matériaux en relation avec la biologie (nacre, la toxicité de l'amiante). Pour les études plus fondamentales, on peut citer les tests mécaniques *in situ* sur des micro- ou macro- objets modèles (micro-piliers métalliques découpés par FIB [2], nanofils, whiskers, bicristaux, tricristaux) pour l'étude et la modélisation des propriétés mécaniques des micro et nano objets, et des polycristaux.

La microdiffraction Laue emploie un micro-faisceau (taille inférieure à $0.5 \times 0.5 \mu\text{m}$) de rayons X à large spectre (bande en énergie correspondante 5-22 keV). La géométrie de détection en réflexion permet de couvrir un grand angle solide autour des angles de diffraction de 90 degrés. En déplaçant l'échantillon, sont menées des cartographies à deux dimensions de la région proche de la surface (profondeur d'analyse de quelques 10 μm à quelques mm). Le

traitement des données détermine en tout point de la cartographie l'orientation et la forme (tenseur déviatorique des déformations) de la maille cristalline. L'utilisateur peut observer et sélectionner une région particulière de l'échantillon grâce à un microscope optique (x50) et la mesure du signal de fluorescence.

L'instrument permet donc pour les matériaux polycristallins de localiser les régions où se concentrent les contraintes et les défauts cristallins qui peuvent être induits soit par les procédés d'élaboration du matériau (cristallisation, mise en forme) soit par un test réalisé *in situ* (mécanique, thermique ou électrique).

Des analyses plus fines peuvent aussi être menées en quelques points sélectionnés à l'aide de mesures complémentaires déterminant: le profil des grandeurs physiques en fonction de la profondeur dans l'échantillon (méthode à balayage d'un fil absorbant), et le volume de la maille cristalline et densité de certains défauts cristallins (méthode avec monochromateur diamant [3]).



(a) Principaux éléments de l'instrument de micro-Laue. (b) Diagramme de Laue d'un polycristal (c) Cartographie d'orientation d'un polycristal (pas de 5 μm), (d) désorientations intra-grain dans un grain de CdTe, et (e) la densité de courant locale dans ce grain mesurée par EBIC (electron-beam-induced-current).

"A new white beam x-ray microdiffraction setup on the BM32 beamline at the European Synchrotron Radiation Facility", O. Ulrich, X. Biquard, P. Bleuet, O. Geaymond, P. Gergaud, J.-S. Micha, O. Robach, F. Rieutord, Rev. **Sci. Instr.** **82** (2011) 033908.

"In situ μ Laue: Instrumental setup for the deformation of micron sized sample", Kirchlechner C., Keckes J., Micha J.-S. and Dehm G. **Advanced Engineering Materials**, **13** (2011) 837.

"A tunable multicolour 'rainbow' filter for improved stress and dislocation density field mapping in polycrystals using X-ray Laue microdiffraction", O. Robach, J.S. Micha, O. Ulrich, O. Geaymond, O. Sicardy, J. Härtwig, F. Rieutord **Acta Cryst. A**. **69** (2013) 164-170, arxiv.org/pdf/1207.2868

"From metastable to stable modifications—in situ Laue diffraction investigation of diffusion processes during the phase transitions of $(\text{GeTe})_n\text{Sb}_2\text{Te}_3$ ($6 \leq n \leq 15$) crystals" M. N. Schneider, X. Biquard, C. Stiewe, T. Schröder, P. Urban and O. Oeckler **Chemical Communications** **48** (16) 2192-2194 (2012)

"Full local elastic strain tensor from Laue microdiffraction: simultaneous Laue pattern and spot energy measurement" O. Robach, J.-S. Micha, O. Ulrich and P. Gergaud **J. Appl. Cryst.** **44** p 688-696 (2011)