

Elise Tollens-Carvalho

Diffusion des rayonnements X pour la caractérisation de la rugosité superficielle

Validation, Analyse expérimentale et application à l'étude de matériaux utilisés pour la Métrologie des Masses

Résumé

Des éléments de la théorie vectorielle de la diffusion des rayonnements électromagnétiques ont été développés dans ce travail, en vue d'une application à la caractérisation de la rugosité de surfaces métalliques. Cette théorie relie, via un facteur "optique" $W_{ii}(\theta)$, la répartition angulaire de l'intensité $I(\theta)$ du rayonnement diffusé par une surface à sa densité spectrale de puissance (DSP). Une première étude a montré qu'en mode "rocking curve", le facteur $W_{ii}(\theta)$ (calculé à la longueur d'onde de travail $\lambda = 0,1540$ nm) reproduisait fidèlement l'intensité des deux maxima (pics de Yoneda) de l'indicatrice de diffusion. Un écart angulaire entre les positions théoriques et expérimentales de ces pics a néanmoins été observé. Il a été corrélé à une diminution de la densité électronique des couches superficielles en présence de rugosité, par rapport à un matériau massif (cas d'une surface idéale). Sur la base d'une hypothèse de transition graduelle de l'indice (de l'air vers le matériau) vérifiée expérimentalement, il a été proposé d'introduire la notion d'indice effectif n_e , obtenu à partir d'une moyenne pondérée des indices de l'air et du matériau massif (théorique), pour mieux approcher les mesures expérimentales. Ce travail a également permis de mettre en évidence une importante sous estimation de la rugosité δ_{RMS} déterminée à partir de la seule composante diffuse. Une procédure de correction autosuffisante a été mise au point, sur la base des mesures de réflexions spéculaire (réflectivité).

Les DSP X ($\lambda = 0,1540$ nm) corrigées, obtenues pour quatre matériaux de différentes nature et rugosité, ont ensuite été comparées aux DSP optiques ($\lambda = 633$ nm) sur le domaine fréquentiel spatial commun. Les résultats ont montré un bon accord, notamment pour les échantillons les moins rugueux.

Enfin, la diffusion du rayonnement X a été appliquée à l'étude de surfaces en Platine Iridié (matériau de référence pour la métrologie des masses), réalisées par différentes techniques de polissage. Cette étude fait état de la complexité du polissage et de la nécessité de son optimisation pour obtenir un état de surface satisfaisant et reproductible. Il a également été démontré que des procédures de polissage différentes peuvent donner lieu à des écarts entre les états de surface aussi bien au niveau des quelques couches superficielles que des parties plus en profondeur. L'apport de la réflectométrie X s'avère alors très important puisqu'il permet en combinant trois modes d'analyse, de discriminer les effets de surface et de "volume".