Nouvel appareillage de diffraction X pour l'analyse de l'état mécanique (contraintes et microdéformations) de films minces nanocristallins

P. Goudeau, K. Badawi, A. Naudon, M. Jaulin, N. Durand, L. Bimbault, V. Branger

► To cite this version:

P. Goudeau, K. Badawi, A. Naudon, M. Jaulin, N. Durand, et al.. Nouvel appareillage de diffraction X pour l'analyse de l'état mécanique (contraintes et microdéformations) de films minces nanocristallins. Journal de Physique IV Proceedings, 1996, 06 (C4), pp.C4-187-C4-196. 10.1051/jp4:1996417 . jpa-00254300

HAL Id: jpa-00254300

<https://hal.science/jpa-00254300>

Submitted on 1 Jan 1996

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Nouvel appareillage de diffraction X pour l'analyse de l'état mécanique (contraintes et microdéformations) de films minces nanocristallins

Ph. Goudeau, K.F. Badawi, A. Naudon, M. Jaulin, N. Durand, L. Bimbault et V. Branger

Université de Poitiers, UFR Sciences, S.P.2M.I., Laboratoire de Métallurgie Physique, URA 131 du CNRS, Bvd 3 - Téléport 2, BP. 179, 86960 Futuroscope cedex, France

Résumé : L'état mécanique des couches minces influence considérablement l'ensemble de leurs propriétés physiques. La connaissance des contraintes résiduelles et des microdéformations présentes dans ces matériaux revêt donc une importance particulière. Le caractère nanocristallin des ces films rend difficile l'application des méthodes classiques de diffraction X ($\sin^2\psi$ et largeur intégrale ou Warren-Averbach) couramment utilisées dans le cas des échantillons massifs. En effet, les pics de diffraction sont larges et peu intenses. Nous avons mis au point un dispositif expérimental de conception originale qui permet de contourner ces difficultés. Il s'appuie sur les trois caractéristiques suivantes: source de rayons X de forte intensité (rayonnement synchrotron ou générateur à anode tournante), trajet du faisceau X incident et diffracté sous vide, et enregistrement du spectre à l'aide d'un détecteur à localisation. Les résultats obtenus sur des films Inox 304L et Cu-Mo illustrent bien les potentialités de ce nouvel appareillage.

Abstract : The mechanical state in thin films very much influence their physical properties. The knowledge of residual stresses and microstresses in these materials is therefore very important. Classical methods of X-ray diffraction ($\sin^2\psi$ and integral width or Warren-Averbach) are difficult to apply in such materials because the diffracted intensities are weak due to the nanocrystalline structure of these films. In order to solve these difficulties, we developed an original X-ray diffraction set-up. Its main features are the followings: intense X-ray source (synchrotron radiation or rotating anode), incident and diffracted x-ray path under vacuum, and recording of the spectrum with a proportional sensitive detector. Results obtained for 304L stainless steel and Cu-Mo thin films show the full potentialities of such an equipment.

1. INTRODUCTION

Les techniques de dépôts telles que l'évaporation (canon à électrons) ou la pulvérisation ionique permettent de réaliser de nouveaux matériaux en couches minces aux propriétés physiques très remarquables. C'est ainsi que l'on peut fabriquer des films minces d'acier inoxydable 304L de structure cubique centrée par pulvérisation ionique d'une cible massive de même composition mais de structure cubique face centrée. Il en est de même pour les solutions métastables Cu-Mo formées par pulvérisation ionique d'une cible massive composée de plaques de cuivre et de molybdène, ces deux éléments étant réputés immiscibles (enthalpie de mélange positive). Les structures de ces couches sont composées d'un assemblage de grains cristallins de taille nanométrique [1,2], ce qui semble leur conférer des propriétés assez performantes en qualité de revêtement de surface (résistance à l'usure).

Ces films minces déposés sur substrats sont généralement le siège de fortes contraintes résiduelles dont les origines (contraintes intrinsèques) sont étroitement liées à la technique de dépôt utilisée [3]. Celles-ci peuvent modifier la structure et donc les propriétés électriques,

magnétiques, mécaniques ou tribologiques des couches minces. Ainsi, la caractérisation de l'état mécanique et microstructural de ces matériaux s'avère indispensable tant du point de vue de la recherche fondamentale que des applications technologiques potentielles (décohésion) car elle peut permettre de mieux comprendre le comportement de ces films minces lors de traitements ultérieurs (relaxation des contraintes).

Les méthodes classiques de diffraction des RX utilisées dans le cas des échantillons massifs ou des revêtements épais [4,5] - $\sin^2\psi$ (tenseur des contraintes et paramètre libre de contrainte) et largeur intégrale et/ou Warren-Averbach (microdéformations et domaines cohérents de diffraction) - peuvent être appliquées aux films minces nanocristallins (100 à 200 nm) moyennant l'utilisation d'un montage de diffraction spécifique. En effet, il est nécessaire pour la mise en oeuvre de ces méthodes, de contourner un certain nombre de difficultés: (i) la taille des domaines diffractants est très faible (qq. nm), ce qui élargit beaucoup le pic de diffraction et rend la détermination de sa position très délicate, (ii) le volume irradié étant faible, l'intensité l'est également, et le rapport signal sur bruit est trop faible pour détecter le déplacement de la position du pic. Le dispositif expérimental que nous avons mis au point permet de contourner ces difficultés.

Dans un premier temps, nous décrirons brièvement les différentes méthodes d'analyse des pics de diffraction qui permettent de remonter aux contraintes et aux microdéformations des matériaux étudiés, puis nous donnerons les caractéristiques du diffractomètre utilisé ainsi que celles des bancs de mesures au laboratoire et sur le rayonnement synchrotron (RS) au Laboratoire pour l'Utilisation du Rayonnement Electromagnétique (LURE) à Orsay (France). Enfin, nous illustrerons les potentialités de cet appareillage en donnant deux exemples d'application dans le cas de couches minces métalliques nanocristallines.

2. DETERMINATION PAR DIFFRACTION X DES CONTRAINTES ET DES MICRODEFORMATIONS DANS DES FILMS MINCES

L'analyse des raies de diffraction permet d'obtenir un grand nombre d'informations sur l'état mécanique et microstructural du matériau étudié [4,5]. Ainsi, le tenseur complet des contraintes $\|\sigma\|$ et le paramètre libre de contrainte a_0 sont déterminés en étudiant la variation de position d'un pic en fonction de l'angle entre la normale à la surface de l'échantillon et la normale aux plans diffractants: c'est la méthode des $\sin^2\psi$. D'autre part, les microdéformations $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ du réseau cristallin et la taille des Domaines Cohérents de Diffraction (DCD) sont extraits du profil des pics en utilisant les méthodes de la largeur intégrale et/ou de Warren-Averbach. Ces méthodes, simples et couramment utilisées dans les matériaux massifs depuis une vingtaine d'années n'ont connu que très récemment leurs premières applications dans le domaine des films minces nanocristallins non texturés [6,7,8].

2.1 Méthode des $\sin^2\psi$

Elle repose sur la mesure de la variation de la distance interréticulaire d'une famille de plans $\{hkl\}$ en fonction de l'orientation de ces plans par rapport à la surface de l'échantillon, soit de l'angle noté ψ .

Dans le cas de films minces nanocristallins non texturés, l'interaction film-substrat produit généralement un état de contrainte biaxial isotrope ($\sigma_{11} = \sigma_{22} = \sigma$) et les composantes du tenseur hors du plan sont nulles. L'échantillon présente alors un comportement mécanique à

symétrie de révolution autour d'une normale à la surface de l'échantillon ce qui réduit le choix des directions de mesure au seul angle d'Euler ψ [9].

En combinant la loi de Bragg qui relie la distance interréticulaire d à la position angulaire du pic de diffraction 2Θ

$$\lambda = 2 d \sin(2\Theta / 2) \quad (1)$$

où λ est la longueur d'onde,
et la définition rationnelle des déformations [10]

$$\varepsilon = \text{Ln} (d / d_0) \quad (2)$$

où d_0 est la distance interréticulaire sans contraintes,
on établit la relation suivante entre la déformation ε et l'angle de diffraction Θ :

$$\varepsilon = \text{Ln} (\sin\Theta_0 / \sin\Theta) \quad (3)$$

où Θ_0 est l'angle de diffraction libre de contraintes.

La loi des $\sin^2\psi$ est alors obtenue en appliquant la mécanique des milieux continus et l'hypothèse $\sigma_{33} = 0$ (surface en équilibre mécanique):

$$\varepsilon = \frac{1}{2} S_2 \sigma \sin^2\psi + 2 S_1 \sigma \quad (4)$$

$$\text{soit} \quad \text{Ln} (1 / \sin \Theta) = \frac{1}{2} S_2 \sigma \sin^2\psi + 2 S_1 \sigma + (1 / \sin \Theta_0) \quad (5)$$

où $\frac{1}{2} S_2$ et S_1 sont les constantes élastiques radiocristallographiques du matériau étudié.

D'un point de vue pratique, on enregistre les pics de diffraction d'une même famille de plans $\{hkl\}$ pour différents angles ψ . En traçant $\text{Ln} (1 / \sin\Theta)$ en fonction de $\sin^2\psi$, on obtient une droite (éq. 5) dont la pente nous donne la contrainte principale σ dans le plan du film et l'ordonnée à l'origine, le paramètre libre de contrainte a_0 (via $\sin\Theta_0$). Cette dernière donnée microstructurale est très importante dans le domaine de la métallurgie physique comme on le verra par la suite (paragraphe 4). Enfin, on notera que l'appréciation du déplacement du pic sera d'autant plus précise que la valeur angulaire de la position du pic de diffraction mesuré sera grande ($2\Theta > 100^\circ$). On cherchera alors à travailler soit avec des familles de plans d'indices élevés ou soit avec une grande longueur d'onde.

2.2 Méthodes de la largeur intégrale et de Warren-Averbach

Un pic de diffraction mesuré dans l'espace réciproque résulte du produit de convolution de trois pics dont les origines sont bien distinctes: (i) le premier représente l'élargissement instrumental introduit par le diffractomètre, (ii) le second, l'élargissement dû à la taille des DCD et enfin (iii) le troisième qui est lié aux microdéformations. Ce dernier paramètre traduit l'écart du cristal réel par rapport au cristal parfait. C'est un nombre sans dimension qui représente l'écart quadratique moyen des déformations à l'échelle nanométrique, telles que celles qui existent au voisinage des joints de grains, des défauts ponctuels, etc.

L'élargissement instrumental qui joue le rôle d'un effet parasite est déterminé expérimentalement à l'aide d'une poudre de Silicium calibrée (National Bureau of Standard -

NBS). En effet, si l'on suppose et à juste titre que cette poudre ne contient pas de microdéformations et que la taille des domaines est de plusieurs ordres de grandeur supérieure à celle mesurée dans les couches minces, l'élargissement observé est uniquement dû à l'effet instrumental.

Une méthode approchée, dite de la "largeur intégrale" permet d'avoir accès aux ordres de grandeur des effets de taille des DCD et des microdéformations [11]. Elle ne prend en compte qu'un seul paramètre qui est la largeur intégrale définie par

$$b(s) = (\int I(s) ds) / I_{MAX}(s) \quad (6)$$

où $I(s)$ est l'intensité diffractée pour le vecteur $s = 1/d$ (eq. 1) de l'espace réciproque et $I_{MAX}(s)$ l'intensité du maximum du pic de diffraction.

La correction des largeurs intégrales mesurées de l'effet de l'élargissement instrumental et la séparation des effets de taille et de microdéformations nécessitent de formuler des hypothèses sur le type de profil lié à la contribution de chacun des trois facteurs.

La méthode de Warren-Averbach est plus précise pour séparer les différentes contributions car elle prend en compte la totalité du profil de diffraction [4,5]. Néanmoins, sa mise en oeuvre est délicate car elle nécessite un traitement informatique sophistiqué.

C'est cette dernière méthode que nous avons appliquée dans l'étude présentée au paragraphe 4.2. Pour cela, nous avons bénéficié de la collaboration de J.-M. Sprauel de l'ENSAM d'Aix en Provence. On utilise deux pics de diffraction d'une même famille cristallographique mais pour deux ordres différents (par exemple, (110) et (220) pour une structure cubique centrée). Les mesures sont réalisées en géométrie Θ - 2Θ ; ainsi les paramètres obtenus correspondent à la direction de croissance du film.

3. MONTAGES EXPERIMENTAUX

Nous avons résolu les problèmes liés à l'analyse de films minces nanocristallins et qui ont été précisés dans l'introduction de cet article, en utilisant un dispositif expérimental qui regroupait les trois principales caractéristiques suivantes: (i) faisceau X de forte intensité et monochromateur avant, (ii) trajet du faisceau X (incident et diffracté) sous vide primaire et (iii) détecteur à localisation linéaire pour l'enregistrement du pic de diffraction.

3.1 Diffractomètre 4 cercles

La conception de ce diffractomètre est tout à fait originale. En effet, nous avons adopté les principes d'un montage de Diffusion aux Petits Angles (DPA) pour effectuer des mesures aux grands angles sur des systèmes donnant des raies de diffraction dont l'intensité est comparable à celle des spectres mesurés en DPA. Ainsi, ce goniomètre permet d'étudier un vaste domaine angulaire compris entre 0° et 150° . La figure 1 donne une vue en coupe du diffractomètre. Le couvercle escamotable (Co) de la chambre de diffusion (Ch) supporte tout le mécanisme qui est composé de deux plateaux tournants P1 et P2 assurant respectivement les rotations 2Θ ($0,001^\circ$) et Ω ($0,01^\circ$), de deux moteurs pas à pas pour le vide MV1 et MV2 assurant respectivement les rotations ϕ ($0,0225^\circ$) et ψ' ($0,0015^\circ$), de deux moteurs continus M1 et M2 (non représenté) assurant respectivement le déplacement du puits et de la fente de collimation F2 (non représentée ici - voir figure 2). L'intensité diffractée par l'échantillon maintenu sur le porte-objet en Plexiglas ou Dural (Po) par une graisse à vide, passe à travers la fenêtre en

kapton (Fe) puis est enregistrée par le détecteur à localisation (De) tenu par un bras (Br). Un puits (Pu) permet d'arrêter le faisceau direct lors des expériences de diffusion centrale.

Figure 1 : Représentation schématisée du diffractomètre 4-cercles (4C')
Schematic drawing of the 4-circles diffractometer (4C')

Un logiciel développé sur un micro ordinateur PC et spécialement adapté à notre montage permet de piloter les moteurs et l'acquisition des spectres en mode manuel ou mode automatique en ayant défini au préalable une table de mesure. Ce diffractomètre permet ainsi de réaliser des mesures selon la méthode des $\sin^2\psi$ en montage Ω ou ψ .

La surface de l'échantillon est amenée sur l'axe du goniomètre (pige) à l'aide d'un système de vis à pas fin dont la précision mécanique est de 0,1 mm. Un contre écrou moleté bloque le système. Le porte-objet est ensuite positionné dans le berceau d'Euler et un ensemble bille/ressort assure son blocage. L'épaisseur totale et le diamètre maximum de l'échantillon sont respectivement de 5 et 30 mm. Les rotations ϕ et ψ sont réglées mécaniquement alors que les axes 2Θ et Ω sont réglés sous faisceau X atténué par des filtres en plaçant le détecteur en position de DPA. Le zéro de l'angle 2Θ correspond au canal 256 du détecteur qui en compte 512. On affine le réglage de la rotation Ω en suivant la réflexion totale de l'échantillon étudié. La section du faisceau de rayons X arrivant sur l'échantillon est inférieure à $1 \times 1 \text{ mm}^2$.

La distance compteur cible est de 161 mm et un canal du détecteur équivaut à $0,045^\circ$ (2Θ). La "fenêtre angulaire" d'enregistrement est alors de 17° (370 canaux). Le décentrement mécanique du goniomètre introduit un décalage angulaire maximum de 2 canaux sur la position de la raie (422) ($\lambda=1,5406 \text{ \AA}$) d'une poudre témoin d'aluminium lorsque l'angle ψ varie de -55° à $+55^\circ$. La largeur intégrale instrumentale mesurée à l'aide d'une poudre de silicium NBS ($\phi=2 \text{ \mu m}$) varie de 4 à $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$ lorsque le vecteur de diffusion s'augmente de 0,44 à $1,22 \text{ \AA}^{-1}$.

3.2 Banc de mesures au laboratoire

La figure 2 montre l'ensemble du banc de diffraction utilisé dans notre laboratoire.

Figure 2 : Vue de dessus du montage de diffraction x mis au point dans notre laboratoire
Top view of the experimental x-ray set-up used in our laboratory

On distingue ainsi les différents éléments suivant: l'anode tournante (A), les filtres (F), le monochromateur (M), la fente d'entrée (F1), la fente de collimation - horizontale et verticale - (F2), l'échantillon (E), le puits (P) et enfin le mouvement de translation du diffractomètre (YY').

3.3 Banc de mesures sur le RS

Le goniomètre 4C' est adaptable sur la ligne D22 du rayonnement synchrotron au LURE. Ainsi, nous pouvons mettre à profit les principales caractéristiques du RS: forte intensité, faible divergence et choix de la longueur d'onde. La figure 3 représente le montage utilisé.

Figure 3 : Montage de diffraction au LURE
Experimental x-ray diffraction set-up at LURE

Les différents éléments constituant l'appareillage sont les suivants: la source synchrotron (1), les fentes d'entrée et de sortie en tantale (2), le monochromateur à deux cristaux parallèles (3), le scintillateur NaI pour le comptage du faisceau incident (4), les fentes antiparasites (5), le tombac (6), la chambre de diffusion (7), le puits (8) et enfin le détecteur (9).

4. DEUX EXEMPLES D'APPLICATION AUX FILMS MINCES NON TEXTURES

La figure 4 est un exemple typique des mesures que l'on effectue sur ces couches minces nanocristallines non texturées en utilisant le RS; les pics sont larges, peu intenses et l'on est obligé de travailler avec une grande longueur d'onde.

Figure 4 : Variation de la position de la raie de diffraction (211) de films minces $\text{Cu}_{30}\text{Mo}_{70}$ en fonction de l'angle ψ ($\lambda = 2,101 \text{ \AA}$). Le déplacement du pic est très important (2°); la contrainte principale de compression dans le plan du film est alors de 4.7 GPa.

Variation of the (211) diffraction peak position of an $\text{Cu}_{30}\text{Mo}_{70}$ alloy as a function of the angle ψ ($\lambda = 2,101 \text{ \AA}$). The observed maximum shift (2°) is due to the existence of in plane compressive stresses of about 4.7 GPa.

Les deux systèmes en couches minces présentés dans les deux paragraphes suivants ont été obtenus par pulvérisation ionique. Ces films présentent des contraintes résiduelles en compression de forte amplitude dont l'origine (contraintes intrinsèques) est due à deux mécanismes [3]: l'Atomic Peening" et l'incorporation d'interstitiels au sein de la maille cristalline qui entraîne alors un gonflement de la maille. La valeur du paramètre libre de contrainte est alors supérieure à celle du massif. Ces deux types de dépôt ont fait l'objet d'une étude détaillée (croissance sous contraintes, relaxation des contraintes lors d'un recuit) qui a été présentée lors du dernier congrès E-MRS à Strasbourg [12,13].

4.1 Inox 304L

Les résultats reportés dans le tableau 1 montre l'évolution des contraintes résiduelles et du paramètre libre de contrainte a_0 en fonction de l'épaisseur du film qui est déposé sur silicium. On constate que l'amplitude des contraintes est plus faible pour le film le plus épais alors que la valeur de a_0 reste à peu près constante. En traçant la courbe des $\sin^2\psi$ (figure 6), on observe alors une déviation à la linéarité pour le film de 500 nm (courbe en "serpent") qui est la signature de la présence d'une texture de fibre au sein du film. A l'aide de figures de pôle, nous avons établi que la direction $\langle 111 \rangle$ était l'axe de fibre. Ces résultats de diffraction x corroborent parfaitement les observations de microscopie électronique effectuées sur des coupes transverses. Il existe deux morphologies de grains dans le film de 500 nm: (i) proche de

l'interface substrat/film (0-300 nm), la sous structure de grains est isotrope, (ii) au delà et jusqu'à la surface du film (300 - 500 nm), une structure colonnaire apparait avec une orientation cristallographique préférentielle <111> des grains. Ce changement de morphologie au cours de la croissance du dépôt est attribué à une relaxation partielle des contraintes résiduelles.

Tableau 1 : Evolution de la contrainte principale σ et du paramètre libre de contrainte a_0 déterminés par la méthode des $\sin^2\psi$ dans films inox 304L en fonction de l'épaisseur déposée. Les incertitudes sont $\Delta\sigma = 0,2$ GPa et $\Delta a_0 = 0,0003$ nm
In plane stress σ and stress-free lattice parameter a_0 determined by the $\sin^2\psi$ method in 304L stainless steel films as a function of deposited thickness. The uncertainties are $\Delta\sigma = 0.2$ GPa and $\Delta a_0 = 0.0003$ nm.

épaisseur du film (nm)	175	250	500
σ (GPa)	-3,6	-3,8	-2,4
a_0 (nm)	0,2890	0,2886	0,2888

Figure 5 : Influence de l'épaisseur déposée sur la loi des $\sin^2\psi$ déterminée dans des films inox 304L déposés sur substrat de silicium.
Influence of deposited thickness on the $\sin^2\psi$ law obtained for 304L stainless steel films deposited on Si substrates.

4.2 Solutions solides Cu-Mo

Les résultats obtenus par la méthode de Warren-Averbach sont donnés dans la tableau 2. La taille des DCD est faible et varie légèrement avec la concentration en cuivre. A l'opposé, les

microdéformations sont importantes et maximales pour la concentration de 64 % at. de cuivre. Ces alliages $\text{Cu}_{64}\text{Mo}_{36}$ présentent une bonne résistance à l'usure qui peut être attribuée à cette structure de nanograins mal cristallisés. Néanmoins, Wang Y. et al. [14] ont montré récemment que la résistance à l'usure d'acier massif était d'autant meilleure que les microdistorsions étaient faibles ou la taille des DCD grande. Ce désaccord peut être attribué au modèle utilisé pour séparer les deux effets dans de telles structures et plus précisément aux fonctions employées pour interpoler les profils de diffraction. En effet, ceux-ci présentent parfois des dissymétries qui ne sont alors pas prises en compte par les fonctions classiques utilisées dans les méthodes de déconvolution [15].

Tableau 2 : Taille des DCD et valeurs des microdéformations dans des solutions solides Cu-Mo en fonction de la concentration en cuivre.

Size of the Coherently Diffracting Domains (CDD) and micro strains ($\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$) determined by x-ray diffraction as a function of copper concentration.

% at. Cu	78	64	50	30
DCD (nm)	$1,5 \pm 0,1$	$1,6 \pm 0,1$	$2,2 \pm 0,1$	$2,2 \pm 0,1$
$\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ (%)	$0,3 \pm 0,1$	$1,9 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	$0,8 \pm 0,1$

5. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Ce diffractomètre 4C', de conception originale, se différencie totalement des diffractomètres de poudres traditionnels et de celui construit par Flinn P.A. et al. [16]. L'utilisation d'une chambre sous vide primaire qui constitue son atout majeur, combinée avec un détecteur linéaire permet d'augmenter considérablement le rapport signal sur bruit et donc de réduire les temps d'acquisition. Signalons aussi que ce goniomètre est adaptable sur le rayonnement synchrotron ce qui nous permet alors de disposer d'une gamme étendue et continue de longueur d'onde (0,5 à 3 Å). Les deux exemples d'application donnés dans le chapitre 4 illustrent parfaitement toutes ses potentialités.

De plus, il ouvre de nouvelles perspectives dans la caractérisation de l'état mécanique des couches minces. En effet, ce montage est particulièrement bien adapté à des expériences de diffraction en incidence faible (contrôle de la réflexion totale en DPA) et donc à une étude de l'état de contrainte en fonction de la profondeur analysée; des expériences de faisabilité sont prévues au LURE prochainement. De même, nous projetons de déterminer le tenseur des contraintes dans des films minces texturés en utilisant les Fonctions de Distribution des Orientations (FDO).

Enfin, on notera qu'il peut aussi être utilisé pour des expériences de diffusion centrale en incidence rasante [17].

Remerciements.

Nous remercions les personnels du LURE pour leur assistance dans le fonctionnement des machines et durant les expériences, le MRT et la DRET pour le financement du goniomètre, Faix J.-J. et Monnet C. pour la réalisation mécanique du diffractomètre, Bonifait T. pour la partie électronique, et enfin Trichet L. pour le logiciel de pilotage des mouvements et d'acquisition des données.

Références

- [1] Boubeker B., Emery J.-P., Goudeau Ph., Bouslykhane K. and Villain J.-P., *Ann. Chim. Fr.*, 19 (1994) 377-382.
- [2] Mimault J., Girardeau T., Goudeau Ph. et Reklouï K., *J. Phys. IV*, 5 (1995) 279-284.
- [3] Machlin E.S., *Materials Science in Microelectronics: the relationships between thin films processing and structure* (Gyro Press, N.Y., USA, 1995).
- [4] Maeder G., *Chem. Scrip.*, 26A (1986) 23-31.
- [5] Maeder G., Barral M., Lebrun J.-L. and Sprauel J.-M., *The Rigaku Journal*, 3 (1986) 9-20.
- [6] Vink T.J., Somers M.A.J., Daams J.L.C. and Dirks A.G., *J. Appl. Phys.*, 70 (1991) 4301-4308.
- [7] Badawi K.F., Declémy A., Naudon A. and Goudeau Ph., *J. Phys. III*, 2 (1992) 1741-1748.
- [8] Durand N., Badawi K.F. and Goudeau Ph., *Thin Solid Films*, (1995) à paraître.
- [9] Bain J.A., Chyung L.J., Brennan S. and Clemens B.M., *Phys. Rev. B*, 44 (1991) 1184-1192.
- [10] Badawi K.F., Kalloun C. and Grilhé J., *J. Phys. III*, 3 (1993) 1183-1188.
- [11] Durand N., Bimbault L., Badawi K.F. and Goudeau Ph., *J. Phys. III*, 4 (1994) 1025-1032.
- [12] Goudeau Ph., Boubeker B., Eymery J.-P. and Branger V., *Thin Solid Films*, (1995) à paraître.
- [13] Goudeau Ph., Mimault J., Girardeau T., Reklouï K., Proux O. and Branger V., *Thin Solid Films*, (1995) à paraître.
- [14] Wang Y., Sun X., Xu S. and Liu J., *Wear* 162-164 (1993) 183-192.
- [15] Bimbault L., Badawi K.F., Goudeau Ph. and Durand N., *Thin Solid Films*, (1995) à paraître.
- [16] Flinn P.A. and Waychunas G.A., *J. Vac. Sci. Technol.*, B6 (1988) 1749-1755.
- [17] Thiaudière D. et Naudon A., communication dans cette conférence.