

Objectifs du cours : 1. Présenter les concepts fondamentaux des principales méthodes de caractérisation, permettant l'analyse de la structure, de la composition et de la réactivité des matériaux.

2. Mettre en évidence l'importance de certaines techniques d'analyse physico-chimiques dans la conception, la caractérisation et l'amélioration de nouveaux matériaux. 3. Définir certains concepts facilitant la classification des techniques d'analyse physico chimiques en termes de reproductibilité, de sensibilité et de capacité de quantification.

Les matériaux et les techniques de caractérisation Pourquoi étudier les techniques de caractérisation physico-chimiques ? Historiquement, les périodes les plus importantes de l'humanité ont été désignées avec le nom de différents types de matériaux. Ainsi, l'âge de la pierre s'étend du Paléolithique inférieur, il y a 2,5 millions d'années, jusqu'au néolithique ; l'âge du bronze commence vers 3000 ans avant J.-C., et à partir de 1500 av. J.-C. jusqu'à la romanisation l'âge du fer. Quand, au milieu des années 70 du siècle dernier, le nombre de publications relatives aux matériaux semi conducteurs dépassait celui des publications relatives aux aciers, certains ont commencé à appeler la période actuelle " l'ère des semi-conducteurs ". Ainsi, la présence des matériaux a toujours été d'une importance capitale pour l'Homme, d'où la nécessité d'inventer, développer, améliorer et caractériser en permanence de nouveaux matériaux, dotés des nouvelles propriétés, capables de répondre à des besoins et à une demande croissante. Ceci n'est possible que par l'emploi des techniques de caractérisation appropriées et efficaces. La caractérisation d'un matériau par différentes méthodes vise à déterminer qualitativement et quantitativement comment l'échantillon objet de l'analyse est constitué aussi bien en surface qu'en volume, ainsi que les transformations qu'il a pu subir à la suite d'un traitement thermique ou d'une réaction chimique. La caractérisation d'un échantillon fournit ainsi de nombreux types d'informations, notamment :

- Caractérisation morphologique : Visualiser la texture et forme, et mesurer les dimensions d'un échantillon.
- Caractérisation chimique : Identifier la nature et l'environnement chimique d'un élément.
- Caractérisation structurelle : mettre en évidence l'agencement (ordre, désordre) des atomes dans un échantillon.
- Caractérisation physique et mécanique : mesure de la masse, le poids, le volume... et la rigidité, la résistance, la ductilité, etc.
- Caractérisation fonctionnelle : mesurer la réponse d'un composant à une sollicitation extérieure (optique : Ellipsométrie et Infrarouge (IR), électrique : mesure de courant ou de capacité).

Une analyse de la composition chimique et de la structure fait référence à l'étude de la composition, de la structure et les proportions des phases individuelles présentes, la composition dans la masse et sur la surface ; la nature et les proportions des groupes fonctionnels qui peuvent être présents. L'analyse de la texture vise à traiter la rugosité, le relief, la forme et la taille des unités constituant l'échantillon, structure des pores, surface totale, disposition des phases individuelles les unes par rapport aux autres. L'étude des propriétés mécaniques fait référence à celles qui sont d'importance au niveau industriel, comme : la résistance à l'abrasion, la dureté, la résistance au choc thermique, etc.

La matière, propriétés physiques, propriétés chimiques ?? Matière : toute substance possédant une masse et un volume. Toute matière possède des propriétés physiques et chimiques.

- Propriétés physiques : Toute propriété qu'on peut observer ou mesurer sans créer une nouvelle substance (exemples : point d'ébullition et de fusion, masse volumique, couleur, solubilité ou la capacité à dissoudre, etc.).
- Propriétés chimiques : Toute propriété qui peut entraîner la formation d'une nouvelle substance, (exemples : Une réaction avec une substance qui

produit de l'eau, combustion, neutralisation d'un acide ou une base, décomposition d'une substance chimique, corrosion, etc.). Parfois la propriété étudiée pourrait être caractérisée quantitativement (point de fusion par exemple) ou juste qualitativement (exemple de la couleur). Principe général des techniques d'analyses physico-chimiques Avant d'aborder le domaine des techniques d'analyse physico-chimique, il est utile de comprendre le principe général qui sous-tend toute méthode de caractérisation. Essentiellement, le processus débute par une excitation énergétique, qui peut prendre la forme d'un faisceau de photons, d'électrons, d'ions, de neutrons, ou encore une élévation de température, l'application d'un champ électrique ou magnétique, etc. En réponse, l'échantillon réagit en émettant un signal mesurable, pouvant prendre la forme d'une émission de photons, d'électrons, d'ions, de neutrons, ou encore d'un courant, d'une variation de capacité, etc. Classification des techniques de caractérisation par la nature des particules incidentes Il existe une multitude des techniques de caractérisation qui se distinguent soit par le phénomène physique mis en jeu (optique, électrique, magnétique, mécanique, etc.), soit par la localisation de l'analyse (surface et/ou volume), ou encore par la nature de la particule détectée (électron, photon, ion, etc.). Le tableau ci-dessous présente quelques techniques couramment utilisées pour l'analyse des matériaux de différentes natures. La classification proposée est basée sur la nature des particules utilisées pour exciter l'échantillon.

Particule incidente	Technique d'analyse
Photon	Fluorescence X
Electron	Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA)
Electron	Scanning Electron Microscopy (SEM)
Electron	Transmission Electron Microscopy (TEM)
Electron	Auger Electron Spectroscopy (AES)
Ion	Secondary Ion Mass Spectroscopy (SIMS)
	Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)
Neutron	Nuclear Reaction Analysis (NRA)
Neutron	Neutron Activation Analysis (NAA)