

Apport de la diffraction électronique en précession pour la caractérisation microstructurale des défauts : cas du maillage dans la coesite

D. Jacob^{a*}, P. Cordier^a, J. P. Morniroli^b, H. P. Schertl^c

^aLaboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide, USTL, CNRS, Bât. C6, Cité Scientifique, 59655 Villeneuve d'Ascq.

^bLaboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux, USTL, ENSCL, CNRS, Bât. C6, Cité Scientifique, 59655 Villeneuve d'Ascq, France.

^cInstitut für Mineralogie, Ruhr-Universität Bochum, Universitätsstrasse 150, D-44801 Bochum, Germany.

Résumé – Dans cette étude, nous montrons l'apport de la précession électronique pour la caractérisation d'une macle de type (021) dans la coesite, phase haute pression du quartz. La macle est d'abord caractérisée par LACBED, puis observée en précession. Les variations d'intensité recueillies sur les clichés de diffraction en précession permettent de distinguer sans ambiguïté les différents variants de la macle.

1. Introduction

La diffraction électronique en précession offre de nombreux avantages par rapport à la diffraction conventionnelle : d'une part les clichés sont toujours parfaitement orientés suivant l'axe de zone et d'autre part, les interactions dynamiques entre les faisceaux transmis et diffractés sont largement réduites. Ces avantages ont été avant tout utilisés pour les déterminations de structure des cristaux parfaits (voir le récent numéro special d'Ultramicroscopy dédié à la précession [1]), mais il existe encore peu d'études concernant la caractérisation des défauts structuraux. Le but de ce travail est d'illustrer l'apport de cette technique dans le cas de l'analyse du maillage dans un échantillon naturel de coesite. Ce minéral est une phase haute pression du quartz (stable au delà de 3 GPa), monoclinique par ses symétries (groupe spatial P12/c1) mais quasiment hexagonale par ses paramètres réticulaires : $a \sim c \sim 0,715$ nm, $b \sim 2a$ et $\beta = 120,3^\circ$. Cette pseudo-symétrie rend inefficace l'analyse conventionnelle de la macle par diffraction en faisceau parallèle, les réflexions des individus maillés se superposant les unes aux autres (voir la figure 1). Nous avons dans un premier temps caractérisé la macle par diffraction en faisceau convergent à grand angle (LACBED), avant de l'analyser en précession.

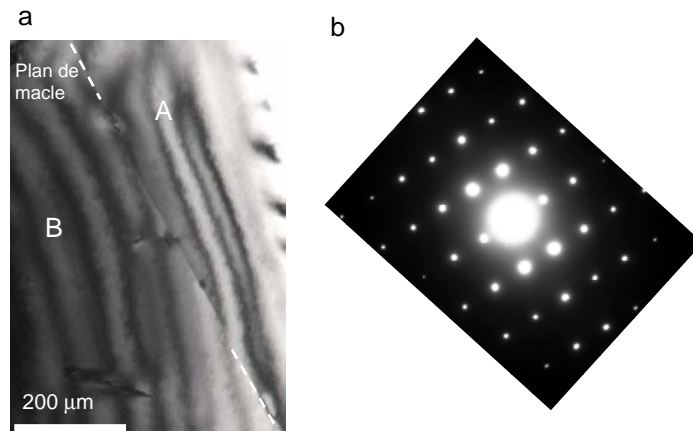


Figure 1 – Micrographie en champ clair (a) et diagramme de diffraction en aire sélectionnée (b) de la macle orientée suivant $[\bar{2}1\bar{2}]_A$ et $[\bar{2}\bar{1}2]_B$. Aucun dédoublement de tache n'est observé sur le cliché de diffraction.

2. Etude en LACBED

Observée en LACBED le long des directions $[\bar{2}1\bar{2}]_A // [\bar{2}\bar{1}2]_B$, la macle apparaît comme un miroir suivant le plan (021) (voir la figure 2). Grâce à une étude complète mettant en relation 3 directions non coplanaires dans chaque variant ($[010]_A // [\bar{1}0\bar{2}]_B$, $[\bar{1}10]_A // [\bar{1}0\bar{1}]_B$, $[\bar{1}1\bar{1}]_A // [\bar{3}\bar{1}\bar{4}]_B$), nous avons pu associer le maillage à une rotation d'un angle proche de 90° le long de l'axe commun $[100]$. Il s'agit donc d'une macle par pseudo-mériédrie de la structure hexagonale. Ce type de macle avait déjà été identifié dans le cas d'échantillons synthétisés [2], mais jamais décrite de façon détaillée dans des échantillons naturels.

* Auteur à contacter : damien.jacob@univ-lille1.fr – Tel : 03 20 43 65 94

3. Etude en précession

La figure 3 représente les diagrammes de diffraction obtenus sans et avec précession (angle de précession 3°) pour les axes de zone $[\bar{1}10]_A // [\bar{1}0\bar{1}]_B$. Alors que ces deux axes de zone sont difficilement distinguables sans précession, les variations d'intensité associées aux réflexions présentes sur ces deux axes de zone permettent de les distinguer sans ambiguïté avec précession : le cliché $[\bar{1}10]_A$ présente une symétrie 2 alors que le cliché $[\bar{1}0\bar{1}]_B$ possède une symétrie 2mm. De plus, la réflexion cinématiquement interdite 001 visible sur le cliché en axe de zone $[\bar{1}10]_A$ obtenu sans précession n'apparaît plus sur le diagramme obtenu avec précession. Par contre, sur l'axe de zone $[\bar{1}0\bar{1}]_B$, la réflexion permise 020 – située au même endroit du cliché que la réflexion interdite 001 sur l'axe de zone $[\bar{1}10]_A$ – apparaît toujours, quel que soit l'angle de précession. Enfin, notons que les diagrammes simulés le long de ces directions sont en très bon accord avec les diagrammes expérimentaux, ce qui ouvre la voie à une détermination « ab-initio » du maillage par précession dans ce type de matériaux.

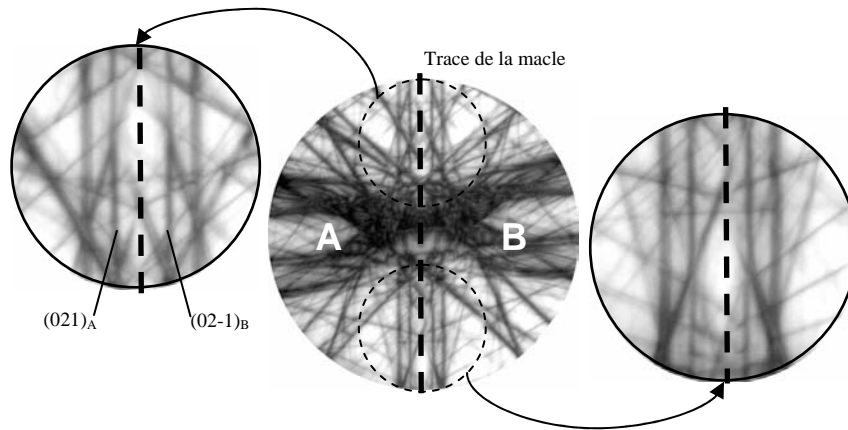


Figure 2 – Cliché LACBED de la macle orientée suivant $[\bar{2}1\bar{2}]_A$ et $[\bar{2}1\bar{2}]_B$. Les zones agrandies révèlent la symétrie miroir induite par la macle le long du plan $(021)_A // (02-1)_B$.

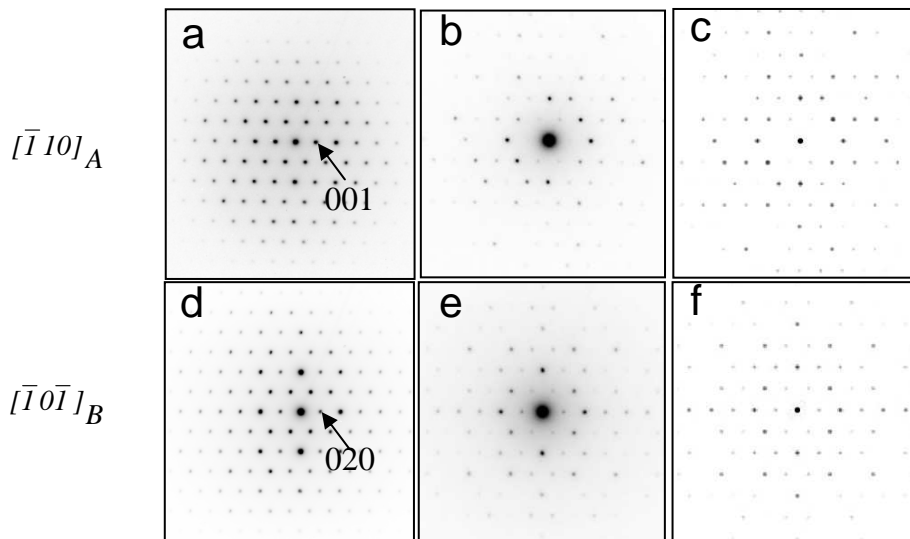


Figure 3 – Diagrammes de diffraction en faisceau parallèle sans (a,d) et avec précession (b,e) le long des axes de zone $[\bar{1}10]_A$ et $[\bar{1}0\bar{1}]_B$. (c, f) : simulations dynamiques (logiciel jems [3])

4. Références

- [1] Ultramicroscopy, **107** (2007), 431-558.
- [2] L.S.Ramsdell, *The crystallography of "coesite"*, Amer. Miner., **40** (1955), 975–982.
- [3] P. Stadelmann, jems, Electron Microscopy Software, java version. CIME, EPFL, CH-1015 Lausanne.