

Université de Lille 1
UMR CNRS 8207 Unité Matériaux Et Transformations

THÈSE

pour l'obtention du grade de
Docteur de l'Université
Spécialité : Sciences des Matériaux
par

Julien Stodolna

**Etude par microscopie électronique en transmission
d'échantillons cométaires de la mission Stardust**

Soutenue le 16 septembre 2010

Présentée devant la commission d'examen formée de :

Monsieur Patrick Cordier	Président
Monsieur Bertrand Devouard	Rapporteur
Monsieur Damien Jacob	Directeur de thèse
Monsieur Hugues Leroux	Directeur de thèse
Monsieur Nicolas Menguy	Rapporteur
Madame Brigitte Zanda	Examinatrice
Monsieur Michael E. Zolensky	Examineur

Remerciements

Qu'elles furent riches ces trois années de thèse, tant sur un plan scientifique que personnel. Elles m'ont permis de m'épanouir au fur et à mesure des différentes étapes traversées et c'est pour moi le moment de remercier toutes les personnes qui ont contribué à ces belles années qui resteront sans nul doute les plus marquantes de ma formation.

Avant toute chose, je souhaite remercier Brigitte Zanda et Mike Zolensky pour avoir été examinateurs de ce travail ainsi que Bertrand Devouard et Nicolas Menguy pour avoir accepté la lourde tâche d'être les rapporteurs de ce mémoire. Je remercie Patrick Cordier pour avoir présidé mon jury de thèse ainsi que pour tous les conseils distillés depuis ma première année de master et qui fut la personne attisant mon attrait pour la recherche.

Ce travail de thèse a été réalisé à l'Unité Matériaux et Transformation de l'université de Lille. Je remercie Jean Marc Lefebvre et Alexandre Legris pour m'y avoir accueilli.

Ma plus grande reconnaissance va à mes deux encadrants, Hugues Leroux et Damien Jacob avec qui ce fut un réel plaisir de travailler. Vos conseils, remarques ainsi que votre confiance m'ont fait avancer, me dépasser jusqu'à l'aboutissement de ces trois ans de recherche. Vos personnalités si différentes m'ont permis à la fois scientifiquement et humainement de pouvoir interagir avec vous dans toutes les circonstances. Merci aussi pour votre disponibilité et votre patience à toute épreuve. Me resteront marqués le sérieux et la discrétion de Hugues face à la fougue et le sens de la fête de Damien (Ce petit bar à San Francisco, on y retourne quand tu veux!).

Je tiens également à remercier Mathieu Roskosz qui a été à mes yeux un acteur important de cette expérience. Tes conseils et remarques lors de nos nombreuses discussions m'ont aidé à ouvrir les yeux sur mon travail mais aussi sur les autres thèmes de notre discipline. Je ne m'étendrai pas sur les innombrables soirées Lilloises passées entre le carré, la boucherie ou autre supermarket . . .

Un grand merci à mes deux collègues de bureau très atypiques ! Jessy avec qui nous avons partagé depuis quatre années les mêmes expériences ponctuées de discussions toutes plus surprenantes les unes que les autres. Je pense qu'il va être difficile pour toi de m'étonner maintenant, je suis rodé ! Carole, je ne sais pas si je devrais plutôt continuer en Anglais. . . merci pour ces longues heures passées en ta compagnie notamment durant ma rédaction. Et ce n'est pas donné à tout le monde d'avoir une collègue de bureau "Dior". . .

Merci à Jonathan (Maah tu plends pas la fellaalii!), Matthieu (So well, je repasserai dans le 113 pour débattre foot, bagnoles, musique . . .), Arnaud (En quelques mots : Dunkerque, bière, double

pédale, super Machos), Seb' (conseiller en voyage et expatriement), Philippe (Je te laisserai essayer ma Camaro en Californie, promis), Elodie et Elena.

Un grand merci à Ahmed pour ta disponibilité (regarde à la page 63, le k-facteur du soufre sur le Tecnai c'est 1,2). Merci aussi à Jean François pour ton assistance technique et la confiance que tu m'as témoignée face à ces incroyables machines.

Je tiens également à remercier tous les membres de l'équipe "Minéraux" et de l'UMET qui ont contribué à ce que cette expérience soit la plus agréable pour moi et qui ont fait du laboratoire mon second "chez moi".

Enfin, un grand merci à mes parents, ma sœur Catherine, mon beau frère Michaël et mon filleul Valentin qui ont eu à supporter mes états d'âme changeant et surtout à écouter mes si longues histoires de travail. Maintenant les macles dans la pigeonite (Non Cat', ce n'est pas une maladie du pigeon) n'ont plus de secrets pour vous.

Table des matières

1	Evolution de la poussière lors de la formation d'un système solaire	11
1.1	Le cycle de la poussière	11
1.2	L'incorporation de poussières dans le disque protoplanétaire	15
1.2.1	Etapas de l'évolution de la nébuleuse solaire	15
1.2.2	Evolution structurale des poussières dans le disque protoplanétaire	16
1.2.3	Brassage des poussières dans le disque	17
1.2.4	La formation des objets dans les disques d'accrétion	19
1.3	Description des petits corps du système solaire	21
1.3.1	Météorites (chondrites)	21
1.3.2	Les Micrométéorites	26
1.3.3	Les poussières interplanétaires (IDPs)	27
1.3.4	Les comètes	30
1.4	Problématiques	35
2	Echantillons étudiés et Protocoles expérimentaux	37
2.1	La mission Stardust	37
2.1.1	La comète 81P/Wild2	38
2.1.2	Description technique de la mission Stardust	39
2.1.3	La collecte des grains cométaires	40
2.2	Tir expérimentaux	42
2.2.1	Principe de fonctionnement du canon	42
2.2.2	Détails des expériences réalisées	43
2.3	Préparation des échantillons	44
2.3.1	Extraction des grains de l'aérogel	44

2.3.2	Enrobage	46
2.3.3	Coupe par ultramicrotomie	47
2.3.4	Préparation par amincissement ionique	47
2.4	La Microscopie Electronique en Transmission	50
2.4.1	Description du microscope	50
2.4.2	Les techniques utilisées	51
2.4.2.1	La diffraction électronique	51
2.4.2.2	Formation d'une image	58
2.4.2.3	Imagerie en faisceau faible et caractérisation de dislocations	58
2.4.2.4	Le mode d'imagerie STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) :	60
2.4.3	L'analyse chimique par spectroscopie en énergie des rayons X (EDS)	61
2.4.3.1	Principe et mode d'acquisition de l'analyse X	61
2.4.3.2	L'imagerie chimique, le spectre image, le profil de concentration	63
2.4.4	Présentation technique des microscopes utilisés à Lille	64
2.4.4.1	Philips CM30	64
2.4.4.2	Tecnai G2-20	64
3	Résultats	67
3.1	Les Particules Terminales	72
3.1.1	Présentation des échantillons	72
3.1.2	L'échantillon C2027-2-69-1	72
3.1.2.1	Minéralogie	72
3.1.2.2	Microstructure	72
3.1.3	Les échantillons C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2	80
3.1.3.1	Composition	80
3.1.3.2	Microstructure	81
3.2	Les échantillons extraits des murs de la trace n°80	85
3.2.1	Présentation des échantillons	85
3.2.2	Microstructure	86
3.2.2.1	Inclusions et cavités	88
3.2.2.2	Matrice vitreuse	90

3.2.3	Composition chimique	92
3.2.3.1	Composition moyenne des échantillons	92
3.2.3.2	Distribution des compositions au sein d'un échantillon	98
3.2.3.3	Evaluation du taux d'imprégnation de l'aérogel	102
3.2.3.4	Taille des échantillons avant leur interaction avec l'aérogel	104
3.3	Les grains du bloc d'aérogel compressé	105
3.3.1	Présentation de l'échantillon et description générale	105
3.3.1.1	Proportion cristal/amorphe	106
3.3.1.2	Distribution des grains dans les échantillons	108
3.3.2	Les grains modifiés par la collecte	108
3.3.2.1	Description	108
3.3.2.2	Composition chimique	110
3.3.2.3	Incertitudes de mesure	114
3.3.3	Les grains cristallins	114
3.3.3.1	Les silicates	116
3.3.3.2	La magnétite (Fe_3O_4)	120
3.3.3.3	Les phases mineures	122
3.3.3.4	Composition moyenne des grains cristallins	129
3.3.4	Relations entre grains cristallins et vitreux	129
3.4	Les tirs expérimentaux	132
3.4.1	Olivine	133
3.4.1.1	Les interfaces cristal/amorphe	133
3.4.1.2	Les dislocations	139
3.4.2	Pyroxène	140
4	Discussion	145
4.1	Revue bibliographique des travaux concernant la collecte d'objets dans l'aérogel de silice	146
4.1.1	Approche expérimentale	147
4.1.2	Approche théorique :	149
4.1.3	Morphologie des traces de décélération	150
4.2	Interprétation des microstructures observées dans les particules terminales	152

4.2.1	Signature ignée	152
4.2.2	Les lamelles de clinostatite dans l'orthostatite	155
4.2.3	La pigeonite maclée	160
4.2.4	Dislocations	162
4.2.5	Bilan sur les échantillons C2027-2-69-1, C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2	162
4.3	Les particules ayant subi des modifications structurales importantes durant la collecte	164
4.3.1	Ces grains vitrifiés correspondent-ils à des GEMS?	164
4.3.2	La matrice vitreuse	168
4.3.3	Les inclusions de métal et de sulfure de fer	170
4.3.3.1	Formation des couronnes de sulfure de fer	170
4.3.3.2	Décomposition des sulfures de fer	170
4.3.3.3	Mécanisme de réduction des silicates	171
4.3.3.4	Formation de complexes Mg-S dans la matrice vitreuse	173
4.3.4	Compositions, taille et reconstruction des grains avant l'interaction avec l'aérogel.	173
4.3.4.1	Taille	173
4.3.4.2	Composition	176
4.4	Les particules cristallines du bloc d'aérogel comprimé de la trace n°80	179
4.4.1	Les silicates	179
4.4.2	Phases mineures d'origine ignée	181
4.4.3	Les témoins d'altération aqueuse	182
4.4.3.1	La magnétite	182
4.4.3.2	Les phases mineures, brownmillerite et fluorapatite	184
4.4.3.3	Phyllosilicates?	185
4.4.4	Composition moyenne et reconstruction de la particule incidente de la trace n°80	186
4.5	Implications astrophysiques	189
4.5.1	Minéralogie des particules de Wild2	189
4.5.2	Comparaison aux autres objets extraterrestres	190
4.5.2.1	Les météorites	190
4.5.2.2	La matrice des météorites primitives	191

4.5.2.3	Les IDPs et micrométéorites à grains fins	196
4.5.2.4	Les autres comètes	197
4.5.3	Que nous apprennent ces observations sur la dynamique du disque proto-planétaire?	198
4.5.3.1	La formation des silicates cristallins riches en magnésium	198
4.5.3.2	Les modèles de redistribution	200
	Bibliographie	207
	Publications	235

Introduction

Le passage des comètes a toujours suscité un mélange de fascination et de crainte. Aujourd'hui encore, certains peuples leurs attribuent une signification mystique. Dès l'Antiquité, les hommes ont recherché une explication scientifique au phénomène appelé «cometa aster» (astre chevelu). Selon la thèse exposée par Aristote (384 – 322 avant J.-C.) dans son ouvrage « Météorologiques », des gaz inflammables s'échappent de fissures dans les roches lunaires, s'amassent dans les couches supérieures de la région sublunaire et s'y enflamment. La libération rapide de ces gaz serait à l'origine des étoiles filantes tandis que leur dissipation lente provoquerait l'apparition de comètes. L'hypothèse selon laquelle ces dernières étaient responsables des périodes de grandes sécheresses s'est également répandue au fil des siècles. Le Moyen-Age chrétien voyait dans leur apparition non plus la colère aveugle des forces de la nature mais plutôt un signe envoyé par Dieu. Il fallut attendre les travaux de l'astronome Tycho Brahé en 1577 pour que soit définitivement réfutée la thèse de l'origine atmosphérique des comètes. Il étudia la trajectoire de l'une d'entre elles et pu établir que son orbite se trouvait au-delà de celle de la lune. La grande étape suivante dans l'observation scientifique des comètes fut franchie par l'astronome et physicien Edmond Halley. En 1705, en étudiant leurs éphémérides, il établit que certaines trajectoires se ressemblaient et en déduisit qu'il fallait attribuer ces observations à un seul et même astre. Il valida sa théorie selon laquelle leurs trajectoires apparemment paraboliques ne constituent qu'une partie de l'immense ellipse qu'elles décrivent. Une nouvelle question se pose alors, celle de leur nature physique. Cette question est encore ouverte même si un grand pas en avant fut effectué avec la parution du modèle de la "boule de neige sale" de Fred Whipple (1950), selon lequel les comètes sont des corps de quelques kilomètres composés majoritairement de glace d'eau et de poussière. En s'approchant du soleil, les glaces chauffent jusqu'à se sublimer libérant ainsi du gaz et des poussières dans le milieu interplanétaire. L'exploration spatiale de la comète de Halley en 1986 par les sondes spatiales soviétiques VEGA 1 et 2 ainsi que la sonde Giotto de l'agence spatiale Européenne a confirmé ce modèle. Il s'agit maintenant de comprendre en détail la composition des comètes et de déterminer leur origine précise.

Selon le scénario standard de la formation du système solaire, les planètes se sont formées par collision et agrégation de planétésimaux, eux même formés de l'agrégation de poussières. Formées de la même manière il y a environ 4,5 milliards d'années, les comètes sont restées dans des régions froides du système solaire. Les poussières, premières briques du système solaire, pourraient y être préservées sans avoir subi de transformations particulières. Les comètes sont donc considérées comme très primitives, comme des témoins uniques de la composition et des conditions physico-

chimiques de la nébuleuse primitive. Différents indices montrent que de la matière interstellaire a pu effectivement être préservée dans les comètes mais toute la matière cométaire n'a pas cette origine. En effet, bien que la poussière silicatée du milieu interstellaire soit presque complètement amorphe (taux de cristallinité inférieur à 2% d'après Kemper *et al.* (2004)), les comètes sont formées d'un mélange de silicates amorphes et cristallins (Crovisier *et al.*, 1997; Hanner, 1994) dans lesquels les silicates cristallins pourraient représenter jusqu'à 88% des silicates de la comète (Wooden *et al.*, 1999). La nature très primitive du matériau formant les comètes est ainsi remise en question. Deux processus majeurs sont avancés pour tenter de comprendre le taux de cristallinité élevé : les modes de cristallisation mis en jeu dans le système solaire jeune ainsi que le brassage des poussières dans le disque protoplanétaire. L'étude des poussières cométaires procure donc une belle opportunité d'étudier des grains interstellaires mais aussi des poussières qui ont été transformées dans le disque protoplanétaire, ce qui permet un accès à l'étude des conditions physicochimiques du disque avant l'accrétion des planètes.

Jusqu'au début de l'année 2006, les données concernant la composition des comètes provenaient d'acquisitions de spectromètres infrarouge et d'acquisition de spectromètres de masse, ces derniers embarqués sur les sondes VEGA. Ceci a permis d'obtenir de nombreuses informations sur différentes comètes. La nécessité de confirmer, d'affiner ces observations et d'obtenir des données accessibles uniquement en laboratoire (mesure d'abondance isotopique par exemple) a motivé la NASA à développer le programme « STARDUST ». Cette mission a collecté des poussières de la comète 81P/Wild2 qu'elle a rapportées sur Terre. Notre laboratoire fait partie d'un vaste consortium ayant eu accès aux échantillons. La microscopie électronique en transmission est l'outil le plus adapté à l'étude de la composition et de la microstructure de ces poussières micrométriques. L'utilisation de techniques standards telles que l'imagerie, la diffraction électronique et l'analyse chimique en dispersion d'énergie a permis la caractérisation d'une centaine de picogrammes de la comète 81P/Wild2 dans notre laboratoire.

Cette thèse est consacrée à l'analyse par microscopie électronique en transmission d'échantillons cométaires de la mission Stardust. Dans la première partie, nous présenterons le cycle de la poussière interstellaire ainsi que les différents corps formés dans le système solaire à partir de cette matière afin de positionner la matière cométaire dans le contexte de la formation du système solaire. Nous préciserons alors la problématique propre au matériau.

La deuxième partie décrit les protocoles expérimentaux utilisés en commençant par une description du déroulement de la mission Stardust. Nous verrons ensuite qu'il a été nécessaire de développer une méthodologie expérimentale afin d'évaluer les conséquences de la collecte violente de la matière cométaire. Après la description des méthodes de préparation des échantillons, nous présenterons brièvement les techniques et équipements utilisés en microscopie électronique en transmission.

Dans la troisième partie seront présentés les résultats de nos observations. Neuf échantillons différents ont été analysés. Ils se placent dans trois catégories différentes : des particules bien préservées par la collecte, d'autres ayant été modifiées lors de cet événement et une troisième catégorie incluant les deux types de particules. Ces derniers échantillons se distinguent par une méthode de préparation différente et originale permettant de travailler sur un grand nombre de grains cométaires ainsi que sur leurs relations mutuelles. A la fin de ce chapitre seront également présentés

les résultats de collectes expérimentales réalisées en laboratoire, en collaboration avec l'université du Kent à Canterbury UK.

La quatrième et dernière partie de ce mémoire sera consacrée à la discussion des résultats. Elle s'articulera sur une première section concernant les effets dûs à la collecte, une deuxième section propre à l'exploitation des résultats des quatre types d'échantillons et enfin à la mise en perspective dans le contexte astrophysique de nos résultats.

Chapitre 1

Evolution de la poussière lors de la formation d'un système solaire

Sommaire

1.1	Le cycle de la poussière	11
1.2	L'incorporation de poussières dans le disque protoplanétaire	15
1.2.1	Etapes de l'évolution de la nébuleuse solaire	15
1.2.2	Evolution structurale des poussières dans le disque protoplanétaire	16
1.2.3	Brassage des poussières dans le disque	17
1.2.4	La formation des objets dans les disques d'accrétion	19
1.3	Description des petits corps du système solaire	21
1.3.1	Météorites (chondrites)	21
1.3.2	Les Micrométéorites	26
1.3.3	Les poussières interplanétaires (IDPs)	27
1.3.4	Les comètes	30
1.4	Problématiques	35

1.1 Le cycle de la poussière

Le milieu interstellaire et les environnements stellaires sont constitués de gaz et de poussière intimement mêlés. Cette poussière interstellaire se présente sous la forme de grains dont la taille typique est comprise entre le nanomètre et le micron suivant une loi de distribution en puissance. Les grains sont de forme sphéroïdale, ellipsoïdale ou irrégulière. Selon les environnements astrophysiques, ils peuvent être amorphes ou cristallins, finement divisés ou sous forme d'agrégats. Il existe trois grandes familles de grains : la matière carbonée, les glaces et les silicates. La poussière est initialement synthétisée autour des étoiles évoluées puis est injectée dans le milieu interstellaire où elle transite durant quelques centaines de millions d'années avant d'être incorporée dans de nouvelles étoiles comme ce fut le cas pour notre système solaire il y a 4,5 milliards d'années. Ce cheminement constitue le cycle de la poussière (Figure 1.1).

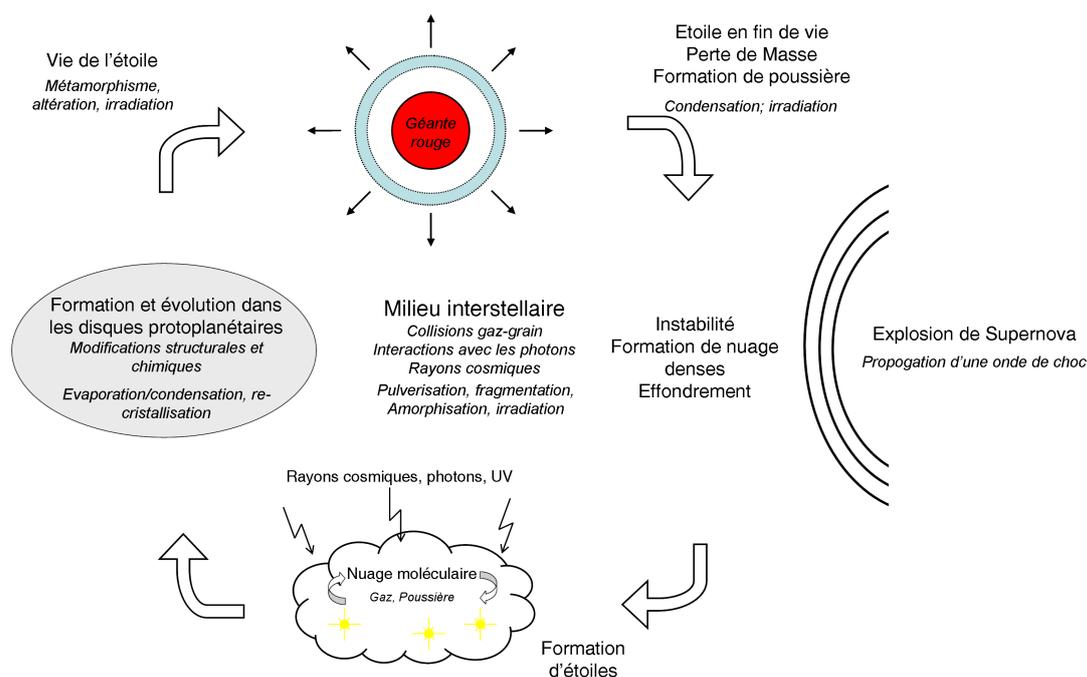


FIGURE 1.1 – Le cycle de la poussière silicatée depuis sa formation jusqu'à son incorporation dans les étoiles jeunes d'après Jones (2004). En italique sont reportées les principales modifications structurales des poussières au long de ce cycle.

Le satellite ISO (Infrared Space Observatory) de l'Agence Spatiale Européenne (ESA) a permis l'acquisition de spectres en infrarouge sur une gamme de longueur d'onde continue, entre 2,3 et 196 μm sur des milliers de sources infrarouges de tous types (planètes, étoiles, galaxie) entre 1995 et 1998. Au delà de l'amélioration de la résolution spectrale, ISO donne accès à la totalité du domaine spectral où apparaissent les principales vibrations de solides. L'importance des données acquises sur la structure des poussières a conduit à ce qui est encore appelé "la révolution cristalline" (Jäger *et al.*, 1998). ISO a permis de dessiner un schéma plus précis du cycle de la poussière que nous allons brièvement décrire dans cette première partie.

La formation de la poussière : La poussière se forme autour des étoiles massives en fin de vie. Les géantes rouges de type M ou riches en oxygène sont des exemples de ce stade d'évolution et sont considérées comme les principales sources de poussière silicatée. Ces étoiles sont définies comme ayant une masse comprise entre une et huit fois celle de notre soleil¹. Au cours de son existence, une étoile entretient des réactions thermonucléaires. Dans un premier temps, elle transforme l'hydrogène la constituant en hélium. Ces réactions dégagent une énergie telle qu'elles empêchent l'étoile de s'effondrer sur elle même par gravitation. Cet équilibre fragile est appelé séquence principale de l'astre. L'épuisement du combustible crée un premier déséquilibre et un effondrement générant une augmentation de pression au niveau du noyau. Ceci permet de déclencher de nouvelles réactions thermonucléaires formant alors du carbone à partir de l'hélium puis de l'oxygène à partir du carbone et ainsi de suite par effondrements successifs. L'étoile crée ainsi

1. La masse du soleil notée M_{\odot} est estimée à $1,9891 \times 10^{30}$ kg.

des atomes de néon, de magnésium puis de silicium et enfin de fer, élément très stable donc peu favorable à l’amorçage de nouvelles réactions. On obtient alors une structure en couches concentriques constituée en son centre de l’élément le plus lourd. On trouve ensuite les éléments de plus en plus légers, l’hydrogène se trouvant alors sur la couche la plus externe. Sous l’effet des vents stellaires, ces enveloppes se dilatent et sont injectées dans le milieu interstellaire. Toutes les étoiles ne suivent pas cette séquence. L’évolution d’une étoile dépend principalement de sa masse. Les étoiles plus massives (par exemple les supernovae) connaissent une fin de vie plus violente par explosion. Dans ce cas, de la matière est aussi injectée dans le milieu interstellaire.

Dans ces nébuleuses en expansion, le gaz se refroidit rapidement permettant par condensation la nucléation de grains souvent sub-micrométriques que l’on appelle la poussière. Des modèles de condensation depuis une phase gazeuse décrivent la séquence de formation des poussières à l’équilibre thermodynamique (Ebel & Grossman, 2000; Grossman & Larimer, 1974). De cette manière, ce sont les éléments les plus réfractaires qui se condensent en premier entre 1800 et 1500 K (oxydes d’aluminium, de titane, spinelle ou encore pérovskite). Ensuite légèrement sous 1500 K se forment les alliages métalliques Fe-Ni. Entre 1460 et 1200 K, ce sont les silicates (forstérite, enstatite, plagioclase, ...) qui apparaissent. Enfin, la séquence de condensation se termine par la formation de glaces d’eau et de CO₂ ainsi que d’hydrates d’ammoniac et de méthane.

Dans les conditions strictement d’équilibre thermodynamique, les phases qui se forment sont cristallines. Si les conditions de pression et température s’écartent de cet équilibre, la séquence précédente peut amener à la formation de grains amorphes (Salpeter, 1977; Gail & Sedlmayr, 1999). Ce sont d’ailleurs sous ces deux états structuraux que sont observées les poussières autour des étoiles en fin de vie (Waters *et al.*, 1996; Waelkens *et al.*, 1996; Jäger *et al.*, 1998). Le degré de cristallinité de la poussière autour des étoiles évoluées est estimé entre 10 et 40% pour une taille de grain inférieure à 10 μm (Kemper *et al.*, 2001).

Récemment, en plus des calculs thermodynamiques, des expériences en laboratoire ont montré la formation de silicates amorphes dans des conditions hors équilibre à basse température et la formation de phases cristallines dans des conditions d’équilibre à haute température (Toppani, 2004; Toppani *et al.*, 2005). Ces expériences ont été réalisées à partir de gaz de composition solaire ou proche de cette composition. Le taux de cristallinité est donc un critère dépendant des conditions physiques et cinétiques de la perte de masse de l’étoile.

Transit dans le milieu interstellaire : Dans le milieu interstellaire, les grains de poussière subissent de nombreuses interactions, en particulier avec le gaz environnant composé principalement d’hydrogène et d’hélium. Ces modifications sont principalement induites lors du passage d’ondes de choc émises par des explosions de supernovae qui accélère préférentiellement le gaz vis à vis de la poussière (Jones *et al.*, 1994, 1996; Jones, 2000; Ellison *et al.*, 1997). Les interactions entre les atomes du gaz et les grains peuvent conduire à la modification de la composition, de la structure et de la taille des grains (Tielens *et al.*, 1994; Jones *et al.*, 1996; Jones, 2000, 2004). Les interactions entre grains peuvent quant à elles conduire à la formation d’agrégats si les collisions sont “douces” ou à la fragmentation ou vaporisation dans le cas contraire (Tielens *et al.*, 1994; Jones *et al.*, 1996).

Le taux de cristallinité dans le milieu interstellaire est estimé inférieur à 2,2% (Kemper *et al.*, 2004, 2005). Cette faible proportion est à comparer aux 10 à 40% de la poussière formée autour des étoiles évoluées (Kemper *et al.*, 2001). Une des hypothèses avancée permettant d'expliquer cette différence repose sur la dilution de la fraction cristalline par des sources de silicates amorphes externes. Par exemple, les supernovae sont des étoiles massives dont la phase finale est beaucoup plus violente que dans le cas des géantes rouges. Leur explosion et la vitesse d'expansion du nuage de gaz favorisent une condensation hors équilibre de la poussière, donc principalement la formation de grains amorphes. En considérant cet apport de poussière silicatée amorphe à celle issue des géantes rouges, le taux de cristallinité dans le milieu interstellaire devrait être compris entre 3 et 7 % (Kemper *et al.*, 2004, 2005). Cette dilution ne permet donc pas d'expliquer le faible taux de cristallinité observé dans le milieu interstellaire. Une seconde hypothèse basée sur l'irradiation ionique a été avancée dans le contexte d'interaction gaz-grains dans les ondes de choc. Cette hypothèse a été testée par des expériences d'irradiation avec des ions H^+ , He^+ , Ar^+ de basse énergie 4–50 keV sur de l'olivine (Demyk *et al.*, 2001; Demyk *et al.*, 2004; Carrez *et al.*, 2002; Brucato *et al.*, 2004), de l'enstatite (Jäger *et al.*, 2003b; Demyk *et al.*, 2004) ou encore du diopside (Demyk *et al.*, 2004). Dans des conditions de fluence et d'énergies comparables à celles des ondes de choc, ces expériences ont systématiquement mené à une amorphisation des cristaux initiaux. Une combinaison de ces deux phénomènes (dilution et irradiation) est tout à fait envisageable pour expliquer la perte de la signature cristalline dans le milieu interstellaire.

Incorporation dans les étoiles jeunes : Dans le milieu interstellaire, la répartition de la matière est sensiblement homogène. Cependant on observe localement des variations de densité pouvant provenir des mouvements des nuages, de leurs interactions mutuelles ou avec une étoile voisine, ou encore de l'explosion d'une étoile proche. Les nuages moléculaires correspondent à des régions denses du milieu interstellaire. Dans ces régions, une variation de densité peut être à l'origine d'un déséquilibre conduisant à des effondrements locaux du nuage sur lui-même et à la formation de nouvelles étoiles (Fig.1.2). La nébuleuse proto-solaire a connu la même histoire lors de sa formation, histoire identique à celle que l'on peut observer dans la nébuleuse d'Orion, région de formation d'étoiles. Nous allons détailler cette incorporation de la poussière dans les systèmes stellaires en formation dans la section suivante car elle est en étroite relation avec la formation des comètes.

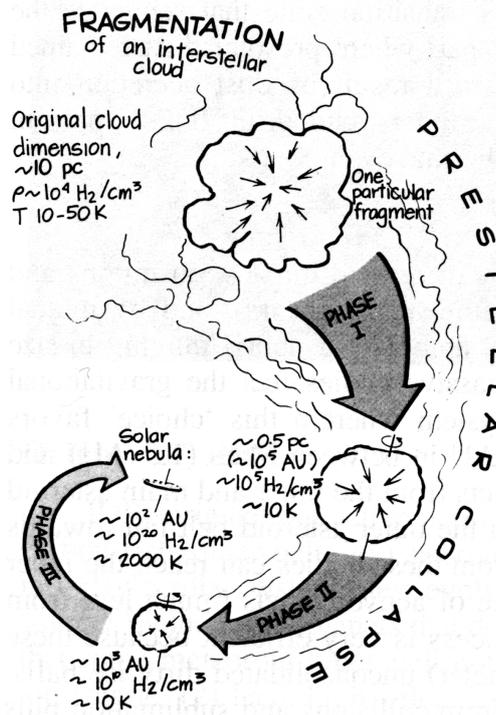


FIGURE 1.2 – Schéma des étapes de formation d’une nébuleuse protosolaire par effondrement d’un fragment de nuage moléculaire. Source : Wood & Chang (1985)

1.2 L’incorporation de poussières dans le disque protoplanétaire

1.2.1 Etapes de l’évolution de la nébuleuse solaire

La formation de la nébuleuse solaire est décrite selon trois phases principales représentées sur la figure 1.2. Cette nébuleuse est tout d’abord le résultat de l’effondrement d’un nuage moléculaire. Elle est alors constituée de son étoile en formation au centre entourée d’un nuage de poussière et de gaz (détails dans Levy & Lunine (1993)). Au centre du collapsus, la densité de matière et la température croissent, le champ magnétique s’intensifie et la rotation du nuage s’accélère par conservation du moment cinétique. Les observations de pouponnières d’étoiles telles que la nébuleuse d’Orion ou l’étude de modèles théoriques nous montrent qu’à ce stade l’étoile émet un jet de plasma bipolaire représentant une perte de matière. Cette dissipation d’énergie engendre une diminution du moment cinétique permettant la poursuite de l’accrétion de l’étoile depuis le nuage en effondrement. On parle alors de sédimentation des grains dans le plan équatorial, qui est associée à une croissance des grains qui témoigne d’une agrégation des poussières d’origine interstellaire.

La première phase s’arrête lorsque la pression et la température sont assez élevées pour amorcer les réactions de fusion d’hydrogène en hélium. Le soleil formé au centre du système continue à incorporer le gaz environnant durant quelques centaines de milliers d’années. Il devient alors de plus en plus lumineux et chaud (Lada *et al.*, 1993). A ce moment, le disque est en état de quasi-équilibre avec autant de perte de masse via l’expulsion de matière par les jets bipolaires que

d'incorporation de gaz et poussière depuis le milieu interstellaire. Par conservation du moment angulaire, la vitesse de rotation du nuage sur lui même augmente tandis que sa forme s'aplatit sous l'action de la force centrifuge provoquant un ralentissement de l'effondrement.

Le soleil est alors considéré dans sa phase dite T-Tauri, phase intermédiaire entre le stade de proto-étoile et celui d'étoile de faible masse appartenant à la séquence principale. Des planétésimaux commencent à se former rapidement dans le disque au début de cette étape mais le chemin jusqu'à la formation d'objets tels que les planètes est encore long. L'accumulation de matière par le soleil étant terminée, la nébuleuse ne subit plus de dissipation de masse. Le vent chasse alors le gaz présent dans sa partie interne. A grande échelle, la composition chimique de la nébuleuse est une conséquence directe de variations de température dans le disque protoplanétaire. Loin du soleil, on trouve les glaces d'eau, de méthane, d'ammoniaque et d'oxyde de carbone. Dans les zones proches du soleil, du fait de l'évaporation des phases précédentes, seuls les solides les plus réfractaires subsistent, en particulier les silicates.

1.2.2 Evolution structurale des poussières dans le disque protoplanétaire

La poussière constituant le disque d'accrétion est à l'origine interstellaire et principalement constituée de composants amorphes (taux de cristallinité inférieur à 2,2% pour les silicates d'après Kemper *et al.* (2004, 2005)). Or la principale découverte effectuée grâce aux données du satellite ISO est la présence de silicates cristallins riches en magnésium (forsterite et enstatite) autour de certaines étoiles jeunes (Waters *et al.*, 1996; Waelkens *et al.*, 1996; Jäger *et al.*, 1998; Malfait *et al.*, 1998; Sylvester *et al.*, 1999; Molster *et al.*, 1999; Demyk *et al.*, 2000; Bouwman *et al.*, 2001) ainsi que dans les comètes (Crovisier *et al.*, 1997; Wooden *et al.*, 1999). La poussière subit donc des modifications structurales et probablement chimiques au cours des étapes de formation et d'évolution du disque protoplanétaire. Après avoir été amorphisée dans le milieu interstellaire, elle se trouve dans des conditions favorables à des processus de cristallisation.

La cristallisation des silicates se produit vraisemblablement dans les régions internes, donc chaudes, du disque protoplanétaire. Deux modèles sont invoqués pour expliquer la présence de silicates cristallins. Il s'agit de l'évaporation / condensation et de la recristallisation de matériaux amorphes. Ces mécanismes auraient lieu dans des régions différentes du disque, à des températures différentes. L'évaporation / condensation se ferait dans les régions chaudes de l'extrémité interne du disque. La séquence de condensation à l'équilibre est envisageable à partir d'un gaz qui se refroidit lentement. Plusieurs articles dont les études sont basées sur des approches numériques décrivent ces séquences de condensation et l'influence de paramètres tels que la composition du gaz, la pression totale de gaz ou la fugacité d'oxygène (Grossman & Larimer, 1974; Lattimer *et al.*, 1978; Lattimer & Grossman, 1978; Gail & Sedlmayr, 1986; Sedlmayr, 1989; Gail & Sedlmayr, 1999; Ebel & Grossman, 2000). Expérimentalement, cette séquence de condensation est particulièrement difficile à mettre en œuvre et une seule étude a permis l'observation de la texture de cristaux réfractaires condensés à partir d'un gaz de composition chimique complexe (Toppani *et al.*, 2006). Les résultats obtenus suggèrent que des minéraux tels que la forstérite et l'enstatite ainsi que les constituants des inclusions réfractaires des météorites ont pu se former par condensation à haute température

à l'équilibre dans la nébuleuse proto-solaire. Afin d'expliquer la présence de cristaux dans les zones moins chaudes du disque protoplanétaire (par exemple Crovisier *et al.* (1997); Hanner *et al.* (1997); Lisse *et al.* (2006) pour les matériaux cométaires), le mécanisme de recristallisation de silicates amorphes est invoqué (voir par exemple Nuth *et al.* (2005); Wooden *et al.* (2005)). Dans ce cas et contrairement à ce qui est utilisé pour le mécanisme de condensation, nous trouvons dans la littérature beaucoup plus d'approches expérimentales que d'approches numériques (par exemple Rietmeijer *et al.* (2002); Jäger *et al.* (2003a); Roskosz *et al.* (2009); Davoisne *et al.* (2006)). Nombre d'entre elles ont été réalisées avec des précurseurs magnésiens d'origines diverses telles que des fumées amorphes (Hallenbeck *et al.*, 1998; Rietmeijer *et al.*, 2002; Nuth *et al.*, 2002), des précurseurs formés par voie sol-gel (Fabian *et al.*, 2000; Jäger *et al.*, 2003a; Roskosz *et al.*, 2009), des verres (Thompson *et al.*, 2003), des films minces formés par ablation laser (Brucato *et al.*, 2002) et des films minces obtenus par évaporation / condensation sous faisceau d'électron (Djouadi *et al.*, 2005; Davoisne *et al.*, 2006). Les géométries des échantillons utilisés sont donc très variables, tout comme leur composition. Le fer est un élément difficile à maîtriser dans ces synthèses, c'est pourquoi la très grande majorité des expériences est réalisée avec des précurseurs magnésiens. Les recuits, généralement réalisés dans des gammes de température allant de 800K à 1400K, mènent à la cristallisation à des températures de l'ordre de 1000K. Ceci impose des distances à l'étoile de formation comprises entre 1 et 2-3 UA² (Bockelée-Morvan *et al.*, 2002). D'autres mécanismes sont également évoqués : les silicates amorphes des régions externes ont pu être recuits in-situ par le passage d'ondes de choc (Harker & Desch, 2002), ou par décharges électriques (Desch & Cuzzi, 2000). Pour compliquer ces schémas, les cristaux observés dans les zones externes pourraient aussi provenir de zones proches du soleil suite à une redistribution radiale des zones internes vers les zones externes (voir par exemple Bockelée-Morvan *et al.* (2002) et la section suivante).

Les observations récentes de Spitzer³ et de ISO donnent une description plus précise de la minéralogie des disques. Concernant la composition des silicates, l'olivine est la composante majoritaire dans la partie interne ($\approx 0-2$ AU) avec un facteur deux environ par rapport au pyroxène et un taux de cristallinité compris entre 40 et 95% (Van Boekel *et al.*, 2004). Elle serait aussi plus abondante dans les parties externes du disque (Bouwman *et al.*, 2008; Sargent *et al.*, 2009b) mais son taux de cristallinité serait compris entre 10 et 40%. Les grains seraient plus gros dans la partie interne (Van Boekel *et al.*, 2005). Le pyroxène serait quant à lui prépondérant dans les régions intermédiaires. Des polymorphes de silice sont détectés sans ambiguïté dans les zones externes (Sargent *et al.*, 2009a) alors qu'il s'agit de phases formées à très haute température.

1.2.3 Brassage des poussières dans le disque

Au delà de la présence de cristaux dans les disques protoplanétaires, les données du satellite ISO ont montré la présence de silicates cristallins dans la queue de la comète de Hale Bopp (Crovisier *et al.*, 1997; Hanner *et al.*, 1997) et plus récemment, grâce à des données de Spitzer, dans celle de Temple 1 (Lisse *et al.*, 2006). La figure 1.3 représente les spectres infrarouges de la coma et de l'éjecta de Tempel1 ainsi que le spectre de la coma de Hale-Bopp. Ces spectres, mis à part pour

2. Historiquement l'UA est basée sur la distance entre la terre et le soleil et vaut $149\,597\,870,691 \pm 0,030$ km.

3. Télescope lancé par la NASA en 2003.

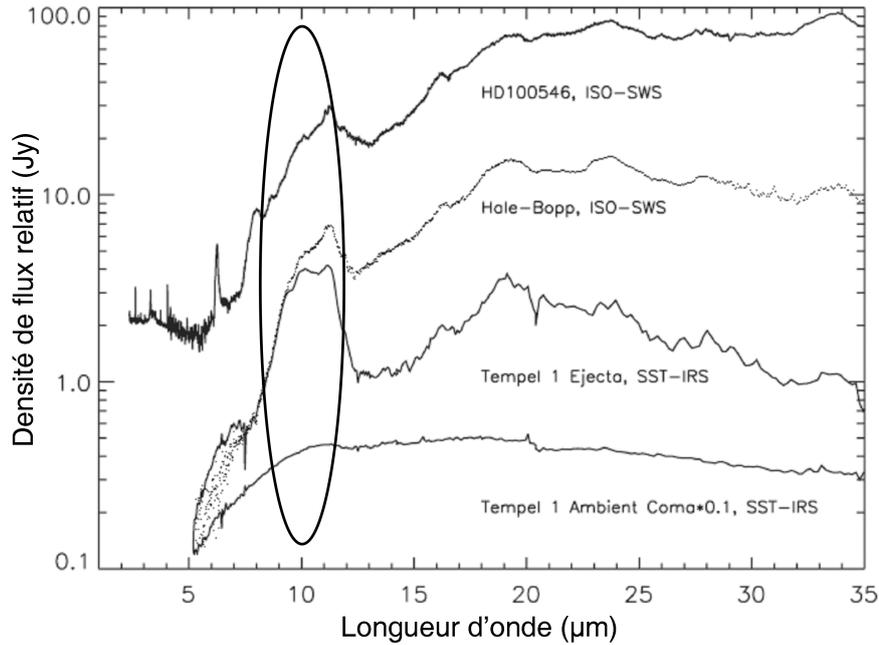


FIGURE 1.3 – Spectre Infra Rouge provenant des données ISO et SST (Spitzer Space Telescope) de la coma et de l'éjecta de la comète Tempel1 ainsi que le spectre de la coma de Hale-Bopp et de l'étoile HD100546 (Lisse *et al.*, 2006). On observe une bande typique des silicates cristallins à 10 μm . Etant donné que les comètes sont des objets formés dans les zones froides du disque, il n'était pas attendu de trouver ces signatures. Il est suggéré que des grains formés dans les régions internes seraient redistribués vers les zones externes.

la coma de Tempel1, montrent à 10 μm une structure de bande typique de silicates cristallins. Pourtant les conditions régnant au niveau des zones de formation des comètes ne permettent pas, pour cause de température insuffisante, la condensation ou la recristallisation de précurseurs amorphes du moins dans les proportions observées, entre 12,5% (Min *et al.*, 2005) et 88% (Wooden *et al.*, 1999). Ceci suggère fortement une redistribution des grains des régions internes où ils se forment vers les régions externes où ils s'accrètent pour former les comètes (Nuth, 2001; Bockelée-Morvan *et al.*, 2002; Gail, 2004; Wooden *et al.*, 2007).

Plusieurs modèles de redistribution des grains sont envisagés sans qu'il existe actuellement de consensus :

- Un mélange turbulent a pu brasser le gaz et les particules solides dans le disque et donc provoquer une redistribution des grains depuis les régions internes jusqu'aux régions de formation des comètes (Gail, 2001; Bockelée-Morvan *et al.*, 2002; Gail, 2004; Keller & Gail, 2004; Ciesla, 2007; Mousis *et al.*, 2007; Boss, 2008) (Fig. 1.4a). Ce modèle est basé sur les différences de température et de pression en fonction des zones du disque, induisant des variations de viscosité. Ces modèles prédisent un taux de cristallinité comparable à ce qui est observé grâce aux satellites mis à part pour les régions les plus internes (jusqu'à quelques UA).
- Le vent X, issu d'un modèle formalisé par Shu *et al.* (1996, 1997), résulte de l'interaction entre le disque et la magnétosphère de la proto-étoile. Dans ce modèle, la matière du disque qui vient nourrir le soleil suit des lignes de champ magnétique jusqu'à un point singulier qui

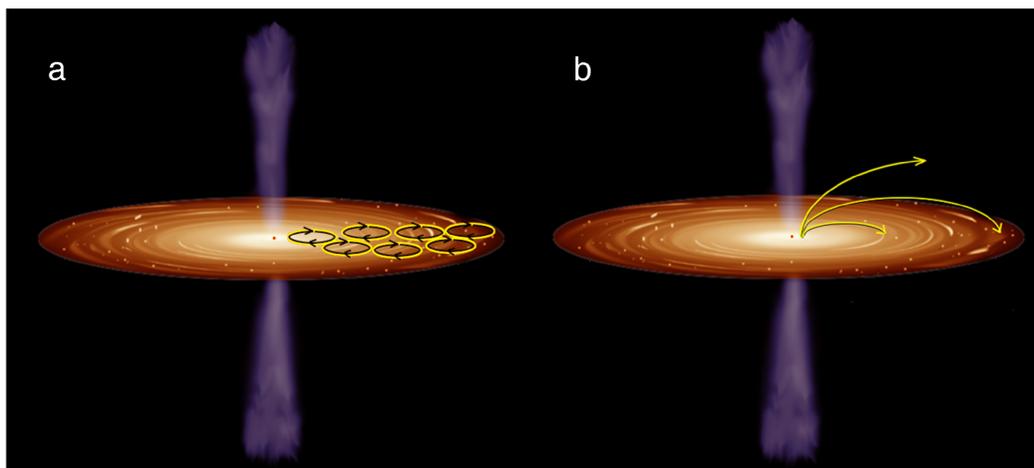


FIGURE 1.4 – Représentation schématique d’une redistribution radiale de poussière à gauche par mélange turbulent d’après Bockelée-Morvan *et al.* (2002) et à droite par vent X d’après Shu *et al.* (1996).

correspond approximativement à la limite des roches, c’est à dire le point d’évaporation des silicates. En ce point, une partie de la matière est redistribuée vers les parties plus externes. Les particules solides plus lourdes sont projetées de façon balistique et retombent vers des régions plus externes du disque (Fig. 1.4b). Ce processus fournit une explication possible à l’existence de phases réfractaires dans les météorites et comètes car les matériaux impliqués ont pu subir des transformations telles que la fusion / cristallisation ou l’évaporation / condensation au niveau du point singulier dans la région la plus interne du disque.

- Un modèle récent introduit par Vinković (2009) vient d’être proposé suggérant que les forces de pression de radiation infrarouge pourrait envoyer des grains de taille supérieure à $1\ \mu\text{m}$ en dehors des régions internes du disque. Ces grains glisseraient le long de la surface du disque vers les régions lointaines et y ré-entreraient lorsque la température est trop basse pour entretenir une pression de radiation infrarouge suffisante.
 - Le modèle de Boss (2008) suggère que le couple gravitationnel induit la rotation de la matière selon les bras d’une spirale pourrait expulser les particules dans les régions lointaines du disque.
- Chacun de ces modèles présente des spécificités propres pour expliquer la présence de phases réfractaires dans les zones lointaines ou les taux de cristallinité dans les différentes zones du disque. Cependant aucun n’explique le disque dans sa globalité. C’est par l’étude précise des corps ayant des origines connues (par exemple une comète) et de ses constituants élémentaires que les modélisateurs de ces mouvements de matière obtiendront des informations pouvant contraindre au mieux leurs paramètres.

1.2.4 La formation des objets dans les disques d’accrétion

Les disques sont le siège d’une évolution des grains : cristallisation, sédimentation, évaporation / condensation et donnent potentiellement naissance à des systèmes planétaires au bout de quelques millions d’années. Les modèles d’évolution de la poussière dans des cœurs en effondre-

ment (Kruegel & Siebenmorgen, 1994; Ossenkopf & Henning, 1994; Pollack *et al.*, 1994; Miyake & Nakagawa, 1995) ne prédisent que des changements mineurs des grains. Les changements principaux ont lieu une fois que la poussière se trouve dans un disque de proto-accrétion, où les densités de matière et la température sont beaucoup plus élevées, augmentant la probabilité d'interaction et les réactivités. Les processus qui peuvent modifier les particules solides sont de natures très diverses incluant les effets de température, d'irradiation, de différenciation chimique par évaporation partielle d'éléments, d'interaction avec le gaz. Les grains interstellaires primitifs ainsi que les poussières modifiées dans le disque peuvent alors s'agréger pour former des objets de taille très variable, de l'agrégat sous-micrométrique à des corps kilométriques (planétésimaux) (voir la revue de Dominik *et al.* (2007)). La densité du gaz, suffisante pour freiner fortement les mouvements des particules présentes dans le disque de proto-accrétion, a pour conséquence d'amener dans un même plan l'ensemble du matériau le constituant. Ce processus de sédimentation conduit le disque de poussière à être de plus en plus fin. Différents mécanismes sont alors proposés pour expliquer la croissance des grains : instabilité de Jeans en absence de turbulence (Safronov & Zvjagina, 1969; Goldreich & Ward, 1973), collisions entre grains favorisées par la turbulence (Weidenschillin & Cuzzi, 1993), accumulation de la matière au sein de tourbillons (Chavanis, 2000). Après quelques millions d'années dans la nébuleuse solaire, on trouve des objets de plusieurs milliers de kilomètres de diamètres. L'échelle de temps caractéristique pour cet épisode d'accrétion dépend entre autres de la distribution initiale des grains, de la densité de la matière circumstellaire et de sa vitesse de turbulence. La figure 1.5 schématise brièvement ces étapes de formation.

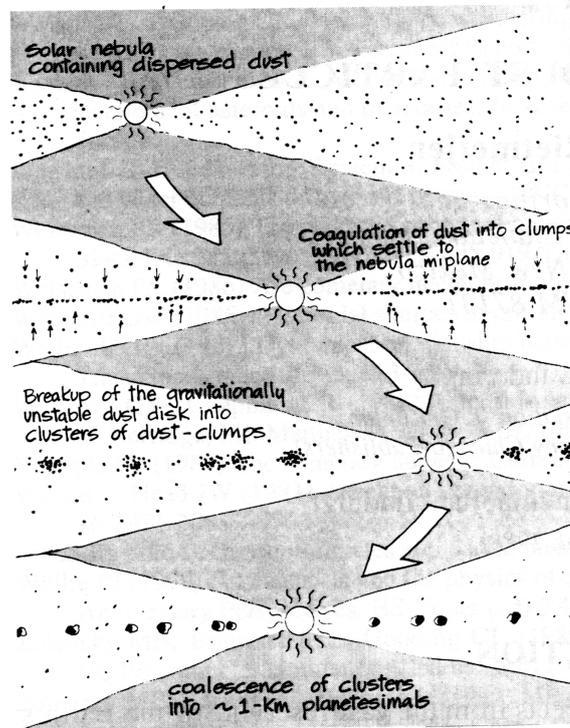


FIGURE 1.5 – Schéma montrant l'évolution d'un disque de poussières, depuis la poussière dispersée à l'accrétion des différents corps. Source : Wood & Chang (1985).

1.3 Description des petits corps du système solaire

Le soleil qui représente à lui seul la quasi totalité de la masse du système solaire ($3.3 \times 10^5 M_{\oplus}$), Jupiter ($318 M_{\oplus}$) Saturne ($95 M_{\oplus}$) et les autres planètes ($2 M_{\oplus}$) coexistent avec d'innombrables petits objets : astéroïdes, comètes ou encore poussières interplanétaires. Ce sont ces objets qui vont retenir notre attention, car leur petite taille peut permettre aux poussières les constituant d'avoir conservé leurs signatures pré-accrétionnelles.

Les astéroïdes sont des corps dont les dimensions varient de quelques dizaines de mètres à plusieurs kilomètres. Ils sont probablement le résultat d'une accrétion planétaire avortée. Les météorites et micrométéorites (météorite de très petite taille) sont des objets dont l'origine est diverse. Elles proviennent généralement de débris d'astéroïdes, de comètes, de planètes ou satellites. Leur particularité vient du fait qu'elles sont tombées sur la surface terrestre. Les comètes sont quant à elles des petits corps formés par l'accrétion de glaces et de poussières dans des régions très lointaines (donc froides) du soleil. De ce fait, les matériaux les constituant n'évoluent pas au cours du temps et gardent des signatures très primitives. Elles sont considérées comme pouvant contenir des indices de la transition entre la poussière interstellaire (externe au disque) et protoplanétaire (propre au disque en formation). Quant aux poussières interplanétaires (Interplanetary Dust Particles : IDPs), elles peuvent avoir diverses origines : matériaux non accrétés ou expulsés suite à des collisions entre objets ou encore matériaux provenant de la coma de comètes. Certaines de ces IDPs sont aussi considérées comme très primitives. De nombreuses études ont été consacrées à ces objets (voir par exemple les articles de revue de Rietmeijer (1998) et Keller & Messenger (2005)).

Pour trouver des phases minérales ayant conservé la mémoire des premiers millions d'années du système solaire, il faut donc se tourner vers des corps de petite taille n'ayant pas subi de métamorphisme thermique, c'est à dire de modifications structurales, minéralogiques et chimiques à des conditions de pression et de température différentes de celle de leur formation ou d'altération aqueuse, c'est à dire de modifications chimiques et physiques due à la présence d'eau.

1.3.1 Météorites (chondrites)

Les météorites sont définies comme des corps extra-terrestres atteignant la surface terrestre. Elles peuvent provenir de fragments résultant des collisions entre les objets du système solaire tel que les astéroïdes ou certaines planètes comme Mars ou la Lune. Les objets d'une taille de plusieurs dizaines de kilomètres de diamètre, tels que certains astéroïdes, sont assez massifs pour pouvoir se différencier (séparation métal-silicate). Les chocs dispersent dans l'espace différents types d'objets : les météorites ferreuses provenant du cœur de l'astéroïde, les achondrites provenant de la croûte et les corps mixtes, provenant de l'interface métal / silicate. Les météorites provenant d'objets plus petits, non différenciés, révèlent quant à elles des signatures plus primitives car leur matériau n'a pas subi de différenciation (Fig.1.6). On les nomme "chondrites". Elles représentent 87% des météorites. Dans la plupart des cas, elles contiennent de petites sphères silicatées nommées "chondres" formées par fusion suivi d'un refroidissement rapide. Etant donné qu'elles n'ont

4. La masse terrestre notée M_{\oplus} est évaluée à 6×10^{24} kg

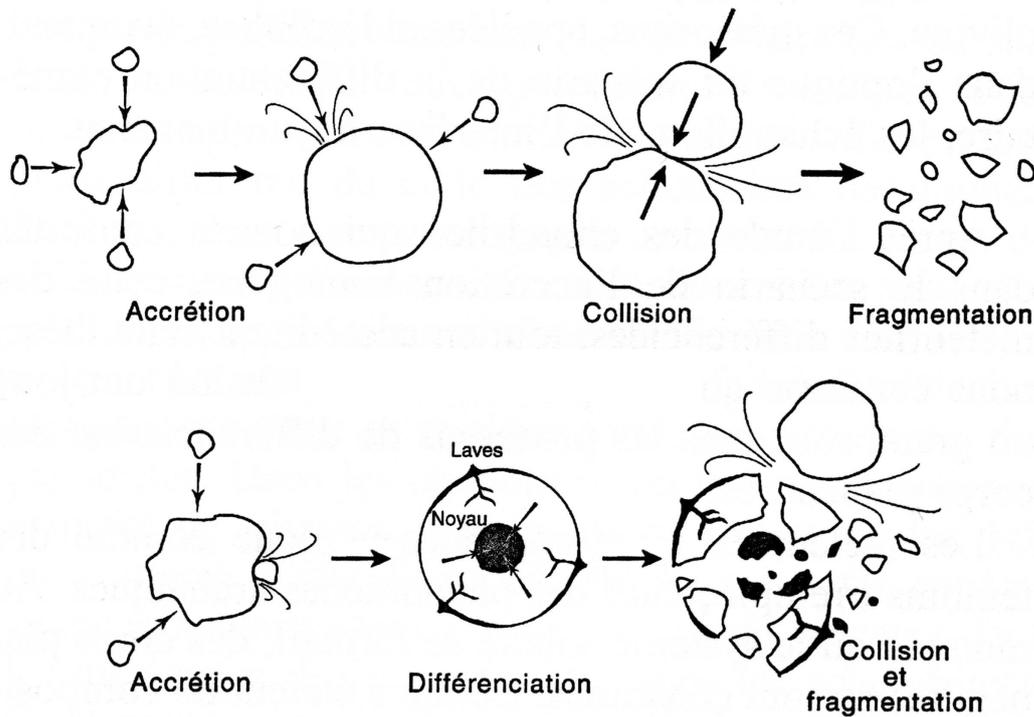


FIGURE 1.6 – Histoire de formation d'une chondrite (haut) et d'une achondrite (bas).

pas connu de différenciation, ce sont les chondrites qui sont les plus pertinentes pour obtenir des informations sur les premières étapes de formation du système solaire, c'est pourquoi seules celles-ci seront présentées dans ce mémoire.

Les chondrites sont divisées en trois grandes classes. Les principales sont les chondrites carbonées (C), ordinaires (O) et à enstatite (E). Chaque classe est sub-divisée en groupes qui partagent certaines relations telles que leur chimie moyenne et leur état d'oxydation. On recense quinze groupes :

- Les chondrites carbonées sont divisées en huit groupes de composition chimique et isotopique très proches. Les principales différences reposent sur leur teneur en eau et en carbone. Ces groupes sont les CI, CM, CR, CV, CO, CK, CB et CH. Mis à part pour les CH, la seconde lettre représente la première lettre du nom de la météorite typique de ce groupe, par exemple "Ivuna" pour les CI. Ce sont les météorites les plus primitives. Elles sont particulièrement riches en carbone. Les CI présentent la particularité d'avoir une composition très proche de celle du système solaire hormis pour les éléments les plus volatiles. Toutefois, nombre d'entre elles a souffert d'altération aqueuse, ce qui a profondément modifié leur minéralogie, en particulier pour la matrice fine inter-chondres.
- Les chondrites ordinaires sont divisées en trois groupes, les H, L et LL relatant leur taux de fer par ordre décroissant respectivement. Elles représentent 80% des chondrites connues à ce jour.
- Le groupe des chondrites à enstatite est composé des EH à fort taux de fer et des EL à faible taux. Ces météorites sont essentiellement composées d'enstatite, de plagioclase, de sulfures et de métal.

Il existe deux autres groupes de météorites plus rares, les chondrites de type Rumuruti (groupe

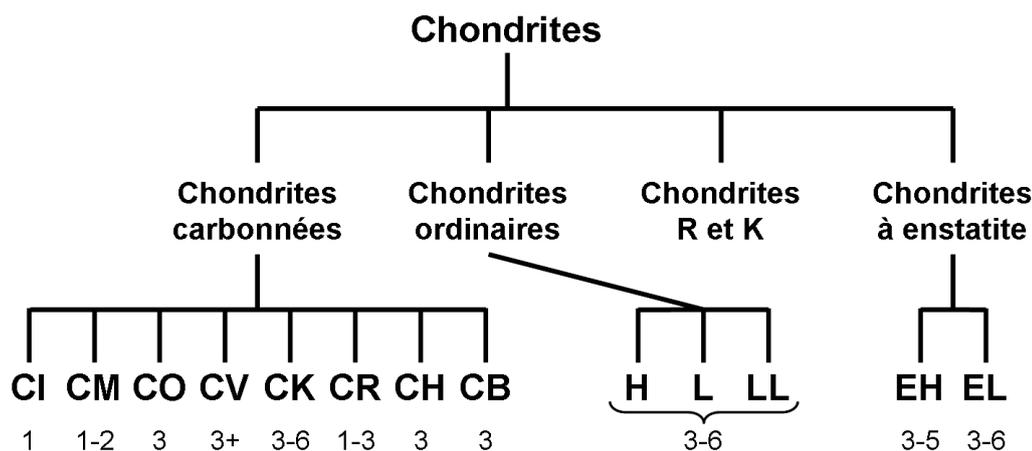


FIGURE 1.7 – Classification des différentes classes de chondrites et de leur groupe. Les types pétrologiques existant pour chaque groupe sont inscrits en dessous.

R) représentées par dix météorites et les chondrites K composées que de trois météorites. Elles se distinguent chimiquement et isotopiquement des groupes précédents.

Un second niveau de classification existe au sein de chaque groupe prenant en compte le degré de métamorphisme de la météorite. Il a été introduit par van Schmus & Wood (1967). Il est représenté par un chiffre allant de 1 à 6 où le type 3 représente le minimum de modifications minéralogiques. Pour les types 1 et 2, l'altération aqueuse est importante alors que les types 4 à 6 présentent un métamorphisme thermique important. La figure 1.7 représente un bref récapitulatif de la classification des chondrites. Les chondrites les mieux préservées seraient donc les types 3. Néanmoins, ce type est subdivisé de 3.0 à 3.9 par Sears *et al.* (1980) apportant plus de précision à cette classification. En effet, des différences subtiles en terme de composition chimique et texture de ces météorites non-homogènes nécessitent cette sous classification. En toute rigueur, seules six météorites primitives sont dénombrées à ce jour, en particulier pour une matrice interchondres relativement bien préservée. Ce sont les météorites carbonées Allan Hills (ALH) A77307 du groupe CO (3.0), Acfer 094 et Adelaide qui sont entre les groupe CO et CM (3.0) et Kakangari, du groupe K (3.6) qui relie le groupe des chondrites à enstatite aux autres (Greshake, 1997; Brearley, 1993, 1991, 1989). Très récemment, Abreu & Brearley (2010) ont caractérisé deux chondrites de type CR, MET 00426 et QUE 99177 elles aussi de type 3.0. La minéralogie de ces matrices de météorites primitive sera abordée dans la discussion.

Les différents groupes de chondrites présentent de très larges différences concernant leur niveau d'oxydation. Ceci est sûrement dû à l'état d'oxydation local lors de la formation du corps, mais aussi à celui dans lequel le corps a évolué (Rubin & Wasson, 1988). Il est caractéristique de chaque groupe et défini par le rapport fer métallique sur fer oxydé. Le diagramme d'Urey Craig (figure 1.8) représente ce rapport pour les chondrites courantes. Les plus réduites sont les chondrites à enstatites. Leur taux de fer oxydé dans les silicates y est très faible. Au contraire les chondrites carbonées sont les plus oxydées. Certaines familles telles que les CV couvrant de très larges domaines. Les CI qui sont très altérées présentent le plus fort taux de fer oxyde. Avec les CM, elles sont les seules à ne pas présenter de fer sous forme métallique. Entre ces deux extrêmes se

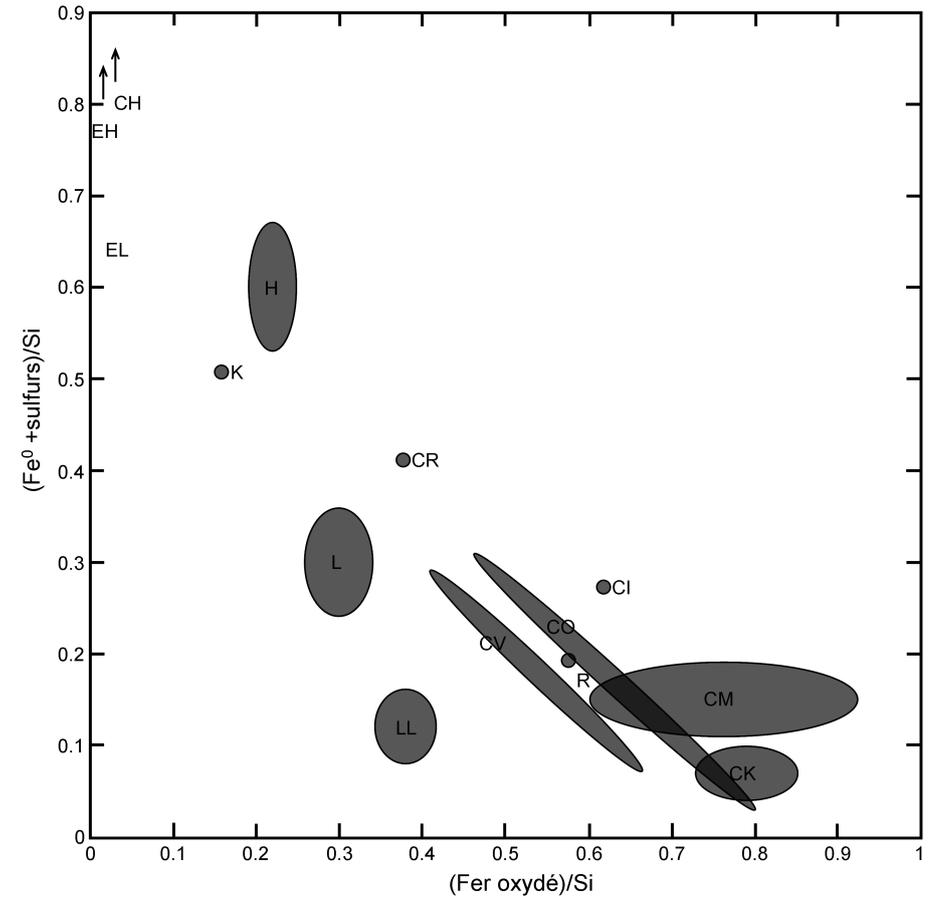


FIGURE 1.8 – Diagramme d'Urey Craig (Urey & Craig, 1953) représentant le niveau d'oxydation du fer normalisé au silicium pour chaque groupe de chondrite adapté depuis Westphal *et al.* (2009). On remarque que les chondrites à enstatite sont très réduites au contraire des chondrites carbonées.

trouvent les chondrites ordinaires. Leur degré d'oxydation augmente selon la séquence H-L-LL.

Les chondres : Les chondrites sont caractérisées par la présence de chondres, petits grains sphériques millimétriques (de 0,1 à 3 mm). Ils sont inclus dans une matrice à grains très fins dont la minéralogie est très complexe. La figure 1.9 montre une vue macroscopique d'une section polie de la météorite d'Allende, riche en chondres particulièrement bien visibles. Les chondres sont essentiellement constitués d'olivine et de pyroxène ainsi que de verre résiduel qui cimente l'ensemble, avec parfois la présence d'un peu de fer métallique. Leur structure interne est caractéristique de la cristallisation rapide d'un liquide silicaté qui se refroidit en quelques heures voir quelques minutes (Wasson, 1993; McSween, 1996). Il se forme alors des cristaux de forme allongée, d'autres qui croissent à partir d'un centre de nucléation ou encore qui dessinent un "pavage" géométrique. La forme sphérique des chondres est caractéristique de liquides qui ont cristallisé en état d'apesanteur. Si l'origine ignée des chondres est assez claire, le mécanisme responsable de la fusion de ces gouttes liquide reste mal compris. Ces épisodes de fusion peuvent s'expliquer par chauffage par de bref flash lumineux du proto-soleil, par des phénomènes de décharges électriques dans le nuage de poussières ou encore par des compressions et/ou frictions rapides dues aux passages d'ondes

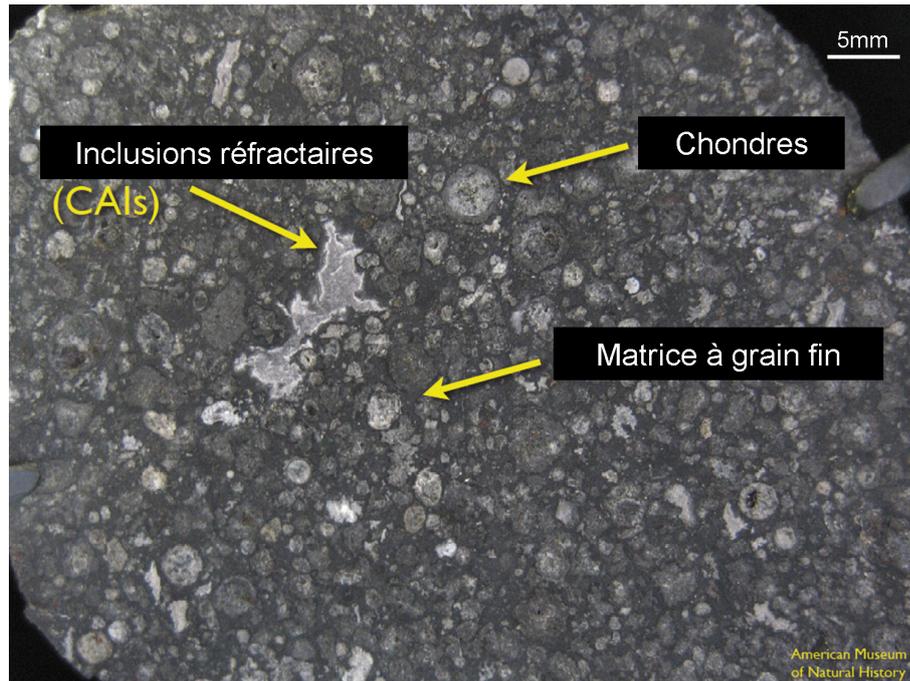


FIGURE 1.9 – Section polie d’une météorite CV3 (Allende) présentant de nombreux chondres (inclusions circulaires) ainsi qu’une inclusion réfractaire prise dans de la matrice à grains fins. (crédit : American Museum of Natural History)

de choc.

L’accrétion a alors réuni les chondres et les poussières préexistantes qui ont échappé à la fusion des poussières qui ont condensé à nouveau après des étapes de haute température dans les régions très internes du disque. L’accrétion des chondres et des poussières a donné les corps parents des chondrites, formés des chondres cimentés par une matrice à grains très fins. Zanda (2004) présente une revue détaillée de ces objets ainsi que des mécanismes qui pourraient être responsables de leur formation.

Les inclusions réfractaires : Elles font partie d’un groupe d’objets minéralogiquement et chimiquement à part que l’on trouve essentiellement dans les chondrites carbonées et plus rarement dans les chondrites ordinaires et à enstatite. Elles sont de taille millimétrique à centimétrique et sont composées de phases semblant avoir connu des évolutions très complexes dans la nébuleuse solaire. Ces inclusions (que l’on appelle également les CAIs : Calcium Aluminium-rich Inclusions) sont constituées d’oxydes et de silicates riches en aluminium, calcium, magnésium et titane (Grossman, 1980; MacPherson *et al.*, 1988) qui sont les éléments chimiques les premiers à se condenser à partir d’un gaz de composition solaire que l’on refroidit. Cependant une cristallisation à partir d’une phase liquide provoquée par des phénomènes successifs de chauffe et fusion partielle n’est pas totalement exclue. Les inclusions réfractaires sont probablement les premiers solides formés dans la nébuleuse solaire et leurs âges ont permis de dater la formation du soleil (4567.2 ± 0.6 Ma Manhès *et al.* (1988)).

La matrice fine : Il s'agit de la matière qui cimente les chondres et les inclusions réfractaires (Figure 1.9). Elle est abondante dans les chondrites carbonées (34-99 vol%), moins dans les chondrites ordinaires (<5-15 vol%) est quasiment absente dans les chondrites à enstatite (Brearley, 1996). La matrice est constituée d'un assemblage de petits grains prédominés par des silicates. On y trouve aussi des métaux, sulfures, oxydes et beaucoup d'autres phases minérales et organiques dont les proportions et compositions sont très variables. Ces phases sont non équilibrées et semblent être un agglomérat de minéraux d'origines très diverses. Cette matrice fine ne peut être étudiée que dans les météorites les plus primitives, celles qui n'ont pas souffert de métamorphisme thermique ni d'altération aqueuse.

En effet, la plupart des chondrites carbonées et quelques chondrites ordinaires ont connu de l'altération aqueuse à différents degrés (Zolensky & McSween, 1988). Cette altération ne modifie pas la composition chimique globale mais modifie les minéraux qui composent la matrice et parfois les chondres et CAIs dans le cas d'une altération aqueuse de forte intensité. Les effets de l'altération aqueuse sont prédominants dans la matrice du fait de la petite taille de grain et du taux de porosité. L'altération aqueuse transforme les silicates en phyllosilicates, ainsi la microstructure originale est effacée. Dans le cas de métamorphisme thermique, cette matrice fine peut très facilement recristalliser. Là encore, les phases initiales sont effacées. La matrice des différentes classes de météorites semble avoir la même origine (Zanda *et al.*, 2006) avec une composition moyenne comparable à la composition du système solaire.

Un résumé des caractéristiques pétrographiques des différents groupes de chondrites est présenté dans la table 1.1.

1.3.2 Les Micrométéorites

Lorsque la Terre croise des poussières interplanétaires, elles sont happées par l'attraction terrestre. Elles se consomment pour la plupart dans l'atmosphère en donnant des étoiles filantes. D'éventuels résidus tombent sur la surface. Ils peuvent alors être collectés dans les sédiments marins et dans les glaces polaires et sont nommés micro-météorites. Les collectes modernes de ces objets, non fondus, de "grandes" tailles ($>25 \mu\text{m}$) ont été initiées par M. Maurette du Centre de Spectrométrie Nucléaire et de Spectrométrie de Masse d'Orsay (CSNSM) et C. Hammer du Niels Bohr Institutet (NBI) à Copenhague (Maurette *et al.*, 1987). Diverses techniques ont été et sont toujours testées afin d'améliorer les rendements de collecte. La technique développée par le CSNSM consiste à collecter de la neige dans des tranchées de 4 à 6 mètres de profondeur (correspondant à des neiges tombées entre 1950 et 1970) limitant ainsi les risques de pollution liés à l'activité humaine. Ensuite, l'utilisation d'un fondoir permet de récolter les grains emprisonnés dans la neige. Une étape importante de tri permet d'isoler les grains extraterrestres et de les classer selon différentes familles. Grâce à l'amélioration du protocole d'extraction/fonte/filtration les collectes observent une forte diminution de l'altération due à l'eau et une proportion de grains extraterrestres s'élevant à plus de 50% (Duprat *et al.*, 2007).

Les particules collectées au site du dôme C situé dans les régions centrales Antarctique en 2000, 2002 et 2006 par l'équipe du CSNSM constituent la CONCORDIA-Collection (Duprat *et al.*,

1.3 Description des petits corps du système solaire

	Chondres (%Vol.)	Matrice (%Vol.)	CAIs (%Vol.)	Métaux (%Vol.) ^a	Diamètre moyen des chondres (mm)
CI	<< 1	> 99	<< 1	0	-
CM	20	70	5	0,1	0,3
CR	50-60	30-50	0,5	5-8	0,7
CO	48	34	13	1-5	0,15
CV	45	40	10	0-5	1,0
CK	15	75	4	< 0,01	0,7
CH	≈ 70	5	0,1	20	0,02
H	60-80	10-15	0,1-1 ?	10	0,3
L	60-80	10-15	0,1-1 ?	5	0,7
LL	60-80	10-15	0,1-1 ?	2	0,9
EH	60-80	< 2-15 ?	0,1-1 ?	8	0,2
EL	60-80	< 2-15 ?	0,1-1 ?	15	0,6
R	> 40	36	0	0,1	0,4
K	27	73 ^b	< 0,1	0 ^b	0,6

^a. Uniquement les métaux hors des chondres

^b. Ici la matrice inclue le métal.

La somme des composés ne fait pas toujours 100% à cause des sulfures qui ne sont pas présentés dans cette table.

Sources : Scott *et al.* (1996) mis à part pour les CO : McSween & Richardson (1977), pour les K : Weisberg *et al.* (1996) et les tailles de chondres dans les CH proviennent de Grossman *et al.* (1988) et Scott (1988).

TABLE 1.1 – Caractéristiques pétrographiques des différents groupes de chondrites

2007). Différents types de micrométéorites y ont été caractérisés (Fig.1.10). Une nouvelle classe de micrométéorites, à grains fins et de texture friable a ainsi été découverte (Fig.1.10c) (Duprat *et al.*, 2004) indiquant qu'elle n'a été que très peu altérée lors de son entrée dans l'atmosphère. Il s'agit des micrométéorites "ultracarbonées" (Ultra Carbonaceous Antarctic MicroMeteorites) (Duprat *et al.*, 2010; Dobricà *et al.*, 2010). L'analyse en microscopie électronique à transmission de ces particules montre de nombreuses phases minérales, silicates et sulfures de fer principalement, de taille micrométrique et sub-micrométrique enfermées dans de la matière organique amorphe abondante (Dobricà *et al.*, 2010). Les résultats obtenus renforcent le lien entre les micrométéorites ultracarbonées, les particules de poussières interplanétaires collectées dans la stratosphère par la NASA (IDPs) et les grains observés dans la comète de Halley.

1.3.3 Les poussières interplanétaires (IDPs)

Les poussières interplanétaires (IDPs) sont des grains de poussière présents dans l'ensemble du système solaire qui ont principalement pour origine la libération de poussière suite à des collisions entre astéroïdes et la vaporisation des glaces des comètes. Leur diamètre est typiquement compris entre 1 et 50 μm . Elles sont constituées d'un mélange complexe de grains présolaires, de matériaux d'origine nébulaire, de grains interstellaires et de poussières d'astéroïdes plus ou moins modifiés dans le disque d'accrétion. Pour leur étude, ces grains sont collectés dans la stratosphère par la NASA à une altitude d'environ 20-25 km (Sandford, 1987; Warren & Zolensky, 1994). Durant

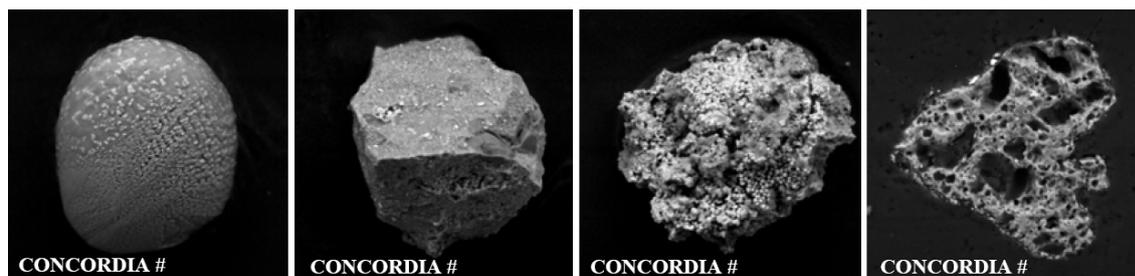


FIGURE 1.10 – Différents types de micrométéorites, de gauche à droite : une sphérule cosmique, une micrométéorite cristalline, une micrométéorite à grain fin partiellement fondue et une section polie d'une micrométéorite à grain fin présentant des vésicules dues au dégazage de la particule à l'entrée atmosphérique (crédit J. Duprat).

leur entrée dans l'atmosphère, les IDPs sont chauffées à environ 100°C durant une seconde en première approximation pour les petits grains mais certains connaissent des pic de température allant jusqu'à 1000°C sur des temps allant jusqu'à 10 secondes (Love & Brownlee, 1991, 1994). Les IDPs collectées sont peu exposées à l'environnement terrestre et leur temps de résidence dans la stratosphère est relativement court, ils ne sont donc pas soumis à de l'altération aqueuse (Flynn, 1994).

Concernant leur classification, les IDPs sont regroupées selon leurs caractéristiques chimiques et se répartissent alors en deux grandes familles : les chondritiques et non chondritiques (Rietmeijer, 1998). Cette classification est basée sur l'abondance des éléments Mg, Al, Si, S, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe et Ni en comparaison avec celles mesurées dans les chondrites carbonées de types CI, assimilées aux abondances cosmiques. Elles peuvent également être classées en fonction de leur texture ce qui permet de distinguer deux grandes familles de particules : les agrégats poreux (Chondritique Porous IDPs ou CP IDPs) et les particules compactes (Chondritic Smooth IDPs ou CS IDPs) (Fig.1.11). Les particules compactes sont probablement issues des astéroïdes.

Les CS IDPs : Les études indiquent que ces objets sont souvent riches en silicates hydratés et en carbonates (Sandford & Walker, 1985; Germani *et al.*, 1990; Bradley *et al.*, 1992). Certaines sont constituées de minéraux assez gros vis-à-vis de la taille de la poussière, avec une prédominance d'olivine et de pyroxènes avec des taux de magnésium, d'aluminium et de fer très variables. On y trouve aussi des sulfures de fer (pyrrhotite et troilite) présentant des taux de nickel inférieur aux CP IDPs ainsi que des oxydes de type magnétite et chromite. La minéralogie des silicates hydratés indique qu'ils proviennent de corps parents ayant connus de l'altération aqueuse comme des astéroïdes de petite taille.

Les CP IDPs : Au contraire des CS IDPs, les agrégats poreux chondritiques sont manifestement beaucoup plus primitifs et certains d'entre eux pourraient être des poussières d'origine cométaire. Cette classe est la plus étudiée parce que sa structure très poreuse est unique parmi les objets extraterrestres. Les études en infra-rouge indiquent qu'ils sont principalement constitués de silicates (de 20 à 50% en volume) (Sandford & Walker, 1985). Des études par microscopie électronique en transmission révèlent une structure d'agrégats hétérogènes constitués de cristaux

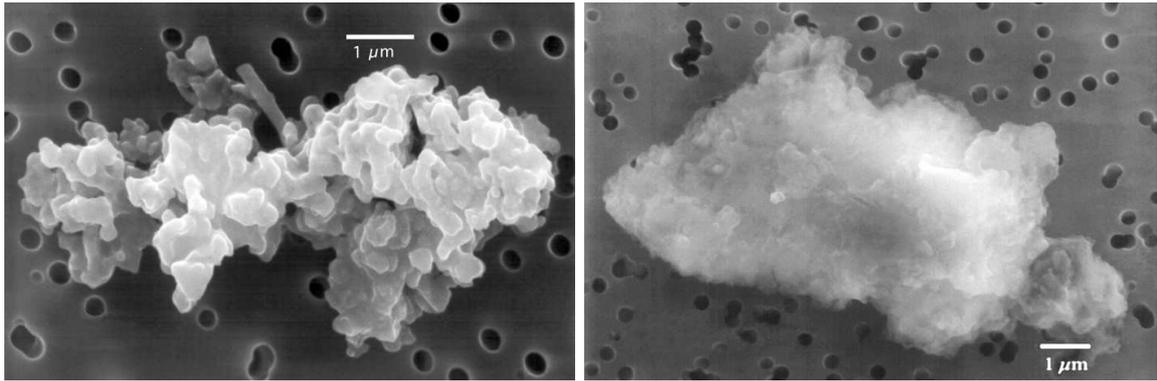


FIGURE 1.11 – Images MEB de deux IDPs. Celle de gauche est de type poreux et celle de droite de type lisse et compact. (crédit D. Brownlee)

sub-micrométriques de silicates, de sulfures, de fer et de métal fer nickel, de GEMS (Glass with Embedded Metal and Sulfides qui feront l'objet du prochain paragraphe) et de matière organique (Bradley, 1994). Les pyroxènes et olivines sont majoritaires et souvent riches en magnésium. Elles sont aussi généralement pauvres en calcium. Certaines exceptions présentent jusqu'à 30 at.% de fer (Christoffersen & Buseck, 1983; Bradley, 1989; Bradley *et al.*, 1999). La morphologie de certaines enstatites suggère qu'elles se sont formées par condensation à partir d'un gaz. Elles présentent parfois une morphologie en forme de disques ("platelets") qui se forment à des températures supérieures à celle de la transition proto-orthopyroxène (1258 K) et d'autres sont présentes sous forme de "whiskers" qui sont de fines baguettes qui croissent selon la direction cristallographique [100] caractéristique d'une croissance depuis une phase vapeur (Bradley *et al.*, 1983). Les sulfures de fer constituent la seconde classe de minéraux en terme d'abondance. La phase la plus présente est la pyrrhotite qui peut contenir un pourcentage significatif de nickel (Fraundorf, 1981; Zolensky & Thomas, 1995; Dai & Bradley, 2001). On trouve aussi entre autres de la troilite et de la pentlandite. La matière carbonée représente de 4 à 45% avec 13% de moyenne de la matière totale (Keller *et al.*, 1994b).

Les GEMS : Les GEMS (Glass with Embedded Metal and Sulfides) sont une classe de composés observés dans les IDPs et de taille comprise entre 0,1 et 0,5 μm (Fig.1.12). Ils sont constitués d'une matrice silicatée amorphe enrobant de nombreuses billes métalliques de fer-nickel et de sulfures de fer. Keller & Messenger (2004) ont montré que leur composition diffère d'une composition chondritique, présentant des rapports élémentaires Mg/Si, Fe/Si, S/Si et Ca/Si systématiquement inférieurs aux abondances solaires. Ils pourraient correspondre à des silicates interstellaires ayant survécu dans le disque protoplanétaire (Bradley, 1994), leurs signatures spectrales étant très proches l'une de l'autre (Bradley *et al.*, 1999). Leur formation est encore discutée. Bradley (1994) suggère une irradiation ionisante dans le milieu interstellaire, Keller & Messenger (2004, 2005) soutiennent plutôt l'hypothèse de condensats hors équilibre formés dans la nébuleuse proto-solaire. Rietmeijer (1997, 1998) parle quant à lui d'unités fondamentales ou polyphasées plutôt que de GEMS. Plus récemment Davoisne *et al.* (2006) ont proposé un modèle de formation des GEMS depuis un silicate amorphe ferromagnésien d'origine interstellaire dans les régions internes

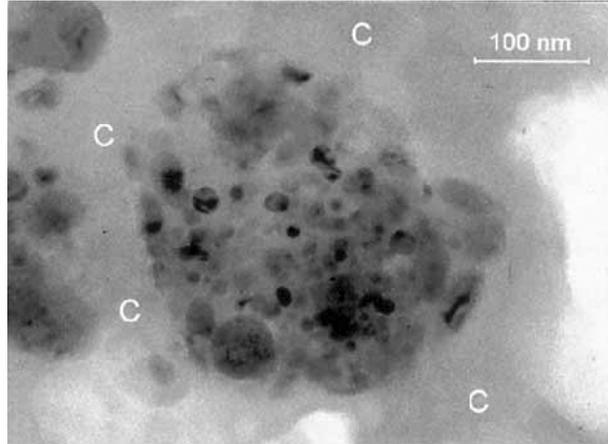


FIGURE 1.12 – Cliché de microscopie électronique en transmission d'un GEMS présent dans un CP IDP entouré de phases organiques repérées par la lettre "C". Les inclusions apparaissant en sombre sont des la kamacite (phase fer nickel) et des sulfures de fer (source : Bradley *et al.* (1999)).

du disque d'accrétion, recuits ensuite dans le disque protoplanétaire dans des gammes de température comprises entre 900 et 1000 K et un environnement réducteur qui aurait permis la formation de billes métalliques au sein de la matrice silicatée amorphe.

1.3.4 Les comètes

Il s'agit de petits corps fragiles de formes irrégulières, composés d'un mélange de particules réfractaires et de glace. Les comètes se sont formées dans des régions lointaines du disque d'accrétion (donc froides). Leurs orbites très elliptiques, les amènent depuis deux principaux réservoirs (détaillés ci-dessous) vers des régions situées très près du Soleil. Les comètes sont très actives et lorsque l'une d'elles s'approche à quelques unités astronomiques du soleil, la surface de leur noyau (de diamètre ≈ 10 km) commence à chauffer et les éléments volatiles s'évaporent. On définit alors le noyau et la coma :



FIGURE 1.13 – Photo de la comète Hale-Bopp en 1997. On y distingue nettement la coma très intense ainsi que les deux queues de gaz et de poussière. Photo N. Biver.

Le noyau : Il est constitué de l'accumulation de grains de poussière et de glace ce qui implique une surface irrégulière et de structure poreuse. En conséquence ce sont des objets fragiles qui peuvent parfois se briser complètement. Par exemple au début des années 1990, le noyau de la comète Shomaker-Levy n'a pas résisté à l'attraction de Jupiter et a explosé en une vingtaine de fragments. Le noyau est majoritairement composé de glaces et de silicates. On y trouve aussi des molécules organiques. L'eau est le composant principal de la glace et beaucoup de volatils y sont piégés.

La coma : A très grande distance héliocentrique, on ne distingue pas d'activité particulière de la comète, il n'y a pas de coma. A l'approche du soleil, les composés les plus volatils (CO_2 , CO) commencent à se sublimer avant que la température de vaporisation de l'eau ne soit atteinte. L'eau domine alors le dégazage et devient le constituant principal de la coma. Elle emporte avec elle de nombreux grains plus réfractaires. Les observations de dégazage ont montré qu'il ne se produit pas de manière homogène sur la surface du noyau. Il présente des zones plus actives que d'autres.

La coma est en fait constituée de deux queues (Fig.1.13) : une rectiligne, une courbée. La queue rectiligne est formée d'ions repoussés par le vent solaire en direction opposée au Soleil. La queue courbée est quant à elle constituée de poussières repoussées par la pression de radiation des photons solaires. Ce processus étant relativement lent, l'éjection est affectée par le mouvement du noyau et la queue s'en trouve courbée. Le vent solaire accélère les particules en les éloignant de la tête de la comète à des vitesses variables selon la taille et la masse des particules. Chaque fois qu'une comète voyage autour du soleil elle perd un peu de ses substances volatiles.

Les réservoirs de comètes : Etant donné que les comètes sont essentiellement formées d'eau, elles n'ont pas pu se former dans les régions internes du disque. Ces noyaux se seraient formés par accréation dans les régions externes du disque, dans la zone de formation des planètes géantes. Ces dernières les auraient soumis à des perturbations gravitationnelles les repoussant dans les régions les plus lointaines du disque formant le nuage sphérique de Oort. Les comètes qui se sont formées au delà de l'orbite de Neptune sont restées sur des orbites gravitationnellement stables et ont formé la Ceinture de Kuiper. Il reste tout de même difficile de déterminer les zones de formation d'autant plus que la migration planétaire a joué un rôle prépondérant dans la structuration du système solaire actuel (Morbidelli, 2007).

La ceinture d'Edgeworth-Kuiper (du nom des scientifiques ayant prédit puis confirmé son existence par des calculs théoriques) est située entre 30 et 100 UA. Elle contiendrait environ 100 000 objets supérieur à 100 km de diamètre. Les comètes provenant de ce réservoir sont dites à courte période et sont divisées en deux familles : "Jupiter" et "Halley". Les comètes de la famille de "Halley" seraient des objets formés dans le nuage de Oort dont la trajectoire aurait été modifiée par l'influence gravitationnelle des planètes géantes pour les amener dans la ceinture d'Edgeworth-Kuiper (Gomes, 2003; Morbidelli & Levison, 2003). Les comètes de la famille de "Jupiter" seraient quant à elles des objets formés et restés dans cette zone (Duncan & Levison, 1997).

Le nuage de Oort, du nom du premier scientifique à avoir proposé son existence, serait un réservoir qui entoure le système solaire. Il s'étendrait entre deux sphères concentriques de rayons compris

entre 40 000 et 100 000UA et compterait $\approx 10^{12}$ objets. Les comètes provenant de ce réservoir sont dites à longue période.

Farinella & Davis (1996) suggèrent que les comètes pourraient être le résultat de collisions au sein de la population des objets tran-neptuniens. Stern & Weissman (2001) font jouer aux collisions un rôle prépondérant dans l'évolution physique et dynamique des comètes au moment de la formation du nuage de Oort. Néanmoins, la présence de molécules très volatiles dans les noyaux cométaires, la similarité de leur composition avec la matière interstellaire suggèrent fortement que ces corps ont retenu sous une forme quasi intacte la matière présente dans la nébuleuse solaire primitive il y a de cela 4,56 milliards d'années. C'est en partie pour ces raisons que de nombreuses missions spatiales ont été mises en place pour étudier les comètes, en particulier celle qui nous intéressera tout au long de ce mémoire, la mission Stardust.

Minéralogie Jusqu'à présent, mis à part depuis le retour des échantillons de la mission Stardust, les seules informations concernant la minéralogie des comètes proviennent de la spectroscopie dans la gamme infrarouge et de quelques mesures in situ depuis les sondes spatiales. Les spectres infrarouges sont caractérisés par la présence d'une bande à environ 10 μm correspondant aux vibrations d'étirement des liaisons Si-O des silicates cristallins. Une bande à 20 μm est aussi présente, due à la flexion de ces mêmes liaisons. Cependant la forme de ces bandes varie en intensité et en largeur d'une comète à une autre (Hanner, 1994, 1996; Hanner *et al.*, 1994). Ces variations sont dues à des différences de l'état structural des silicates mais la taille de grain et la température jouent également un rôle. L'olivine amorphe constitue la majeure partie de la bande à 10 μm . Le pyroxène amorphe a la même forme de bande mais à une fréquence de vibration un peu plus faible générant un épaulement de la bande des olivines (Hanner *et al.*, 1994; Wooden *et al.*, 1999). L'olivine cristalline présente un pic à 11,2-11,4 μm et le pyroxène (orthorhombique) à 9,3 μm (Wooden *et al.*, 1999; Harker & Desch, 2002).

Des comparaisons entre spectres relevés des comètes et les standards relevés en laboratoire permettent d'évaluer les proportions des différents constituants. Les composés autre que les organiques et silicates sont difficilement observables par ces techniques. Ces études révèlent néanmoins que les phases minérales principalement détectées dans les comètes sont des silicates, majoritairement des olivines et pyroxènes. Des différences marquées d'intensité de la bande des silicates ont été relevées entre les comètes à longue période, présentant une intensité forte, et à courte période, d'intensité faible, suggérant une différence intrinsèque de la composition des comètes en fonction de leur origine (Brownlee, 2005) :

Les spectres de la comète de longue période Hale-Bopp, montrent des pics très étroits compatibles avec la présence de forstérite (22 %) ainsi que des pics moins intenses à de l'enstatite (8 %) (Wooden *et al.*, 1999; Crovisier *et al.*, 2000) (Fig.1.14). Toutes ces phases riches en magnésium suggèrent pourtant que ces grains se sont formés dans des zones chaudes, excédant 1400 K. Toutes les interprétations des spectres de Hale-Bopp s'accordent sur le fait que des olivines et des pyroxènes sont présents à la fois sous forme amorphe et cristalline. Nous avons vu que la fraction en masse de silicates cristallins varie très fortement d'une étude à l'autre, allant de 12,5% (Min *et al.*, 2005) à 88% (Wooden *et al.*, 1999). Ces variations fluctuent entre ces deux études en fonction de la taille

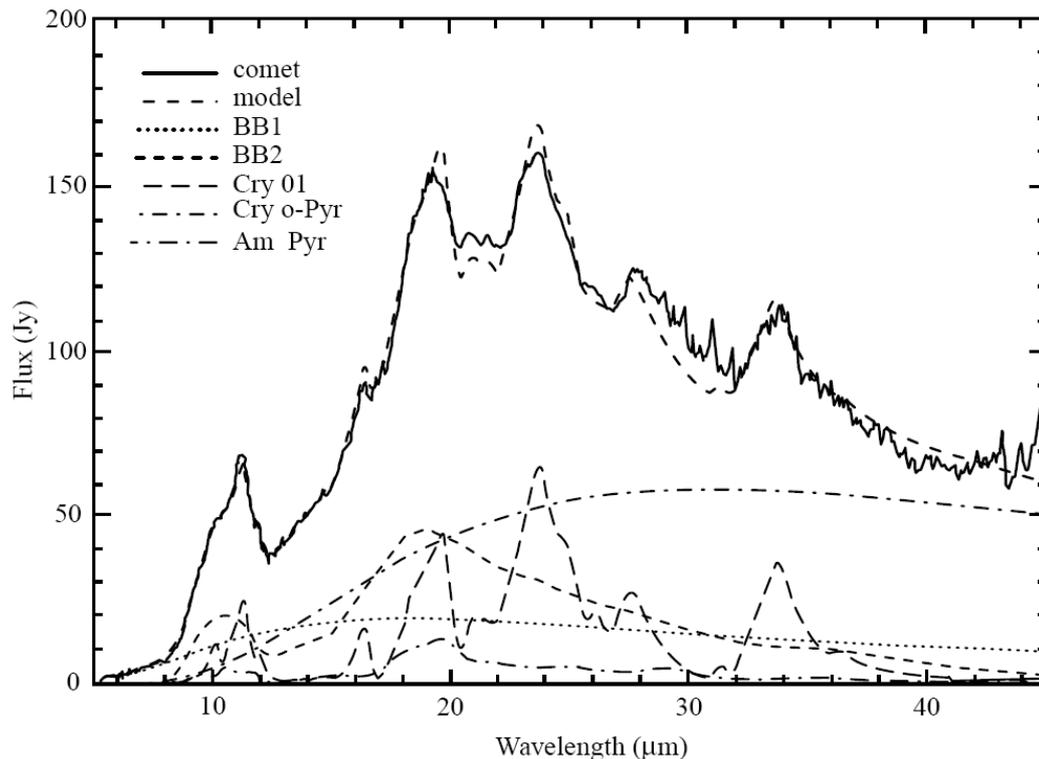


FIGURE 1.14 – Spectre infra-rouge de la comète Hale-Bopp comparé à cinq modèles de poussière. (“BB1” et “BB2” sont des spectres du corps noir à 280 et 165K respectivement, “Cry 01” représente 22% de forsterite, “Cry o-Pyr” représente 8% d’orthopyroxène et “Am Pyr” 70% de silicate amorphe de composition pyroxène (source : Crovisier *et al.* (2000)).

des grains et de la porosité choisie pour déconvoluer les spectres. Des données montrent que les grains seraient très nombreux et de taille sub-micrométrique (Williams *et al.*, 1997).

Concernant les comètes à courte période, la comète 9P/Tempel1 révèle une fraction cristalline comprise entre environ 35% (Harker *et al.*, 2005) jusqu’à moins de 1% (Sugita *et al.*, 2005). Ces valeurs sont inférieures à celles des comètes à longue période. On s’attend néanmoins à ce que le taux de cristallinité soit plus élevé pour les objets formés dans des zones plus chaudes, plus proches du soleil. Les comètes à courte ou longue période proviennent toutefois en partie du nuage de Oort (Gomes, 2003; Morbidelli & Levison, 2003). Les études spectroscopiques faites par Spitzer ont permis d’obtenir un aperçu plus détaillé concernant Tempel1. Lisse *et al.* (2006) ont par exemple révélé qu’il y avait autant d’olivine que de pyroxène.

Des spectromètres de masse étaient embarqués sur les sondes Vega 1 et 2 ainsi que sur Giotto dans la fin des années 80. Ils ont traversé la coma de la comète 1P/Halley, de courte période et mesuré les compositions élémentaires d’environ un nanogramme de matière (Fomenkova, 1997). Ils n’ont malheureusement pas pu révéler la fraction cristalline (Kissel, 1999). En utilisant les masses relatives des éléments Mg, Si, S et Fe Schulze *et al.* (1997) et Kissel (1999) ont essayé de retrouver les minéraux présents dans la coma. Ils utilisent pour cela le fait que le rapport $(\text{Mg}+\text{Fe})/\text{Si} \approx 1$ pour les pyroxènes et 2 pour les olivines. Ils trouvent que la phase réfractaire dominante est l’enstatite ($\geq 50\%$ en masse). Ils relèvent aussi 10% de sulfures de fer et 3% de

fer métallique. Environ 70% du fer serait présent dans les sulfures de fer le reste étant inclus en majorité dans les silicates.

1.4 Problématiques

Les processus d'évolution de la poussière interstellaire incorporée dans le disque protoplanétaire ne sont encore pas complètement compris. Les informations provenant des observations en infrarouge de nuages interstellaires et de régions de naissance d'étoiles constituent une première base de données mais ne renseignent guère sur les mécanismes de transformation qui ont lieu dans les disques. De nombreuses études sont également menées sur la caractérisation d'objets naturels tels que les météorites, IDPs et micrométéorites. Ces précieux objets permettent d'étudier en laboratoire certains marqueurs d'évolution physico-chimique de la matière primitive. Néanmoins, l'origine de ces objets est incertaine (comme par exemple pour le cas des IDPs et micrométéorites) ou proviennent d'objets qui ont pu connaître une altération aqueuse ou métamorphique (cas des météorites). La superposition d'évènements rend compliquée l'interprétation de la minéralogie de ces objets. Les poussières cométaires sont probablement le matériau idéal pour faire le lien entre la matière solide interstellaire et les premiers stades de transformation dans le disque protoplanétaire. La collecte récente de poussière cométaire en 2006 par la NASA est donc une opportunité pour tenter de tisser ou de consolider ce lien.

Les comètes se sont formées dans des régions froides du disque protoplanétaire. Elles ont alors capté des poussières du disque qui sont à priori protégées des modifications structurales ultérieures. Comme souligné dans ce chapitre, les phases minérales majoritaires des poussières cométaires sont de la famille des silicates. Ils y coexistent sous des structures amorphe et cristalline et sont principalement riches en magnésium et anhydres. Les modifications thermiques des silicates riches en magnésium induisent l'incorporation de fer ce qui constitue ici un des arguments attribuant un caractère primitif au matériau cométaire. Les études récentes montrent un brassage dans le disque d'assez grande ampleur. Ainsi les poussières cométaires doivent contenir des phases qui ont enregistré la signature des différents processus de transformation de la matière dans différentes régions du disque, incluant certainement les zones les plus internes.

La mission Stardust de la NASA a rapporté un échantillonnage de poussière cométaire. Il s'agit du second retour d'échantillon depuis les missions lunaires Apollo des années 1970. Elle permet à de nombreuses équipes internationales d'étudier les particules de la coma de la comète Wild 2. Nous disposons pour la première fois d'échantillons dont l'origine cométaire est certaine. Néanmoins, pour réaliser cette collecte, la sonde disposait d'un collecteur fait de cellules d'aérogel destinées à ralentir les particules arrivant à une vitesse de $6,1 \text{ km.s}^{-1}$. Cette étape ne fut pas sans conséquence sur les particules de Wild 2.

Nous avons eu l'opportunité, à Lille, d'obtenir de nombreux échantillons de cette précieuse collecte afin d'en caractériser la minéralogie. C'est cette caractérisation de poussière cométaire par microscopie électronique à transmission, appareil le plus adapté à l'étude de ces poussières sub-micrométriques, qui fait l'objet de cette thèse. Nous tenterons de répondre aux questions suivantes :

- Les grains ont-ils survécu à la collecte ? Si oui quelles sont les modifications éventuelles ? En effet cette collecte était violente puisque les grains ont été captés avec une vitesse relative de $6,1 \text{ km.s}^{-1}$. A cette vitesse, il est probable que l'interaction des particules avec l'aérogel de silice ait pu provoquer des modifications qu'il est indispensable de décrypter.

- La détermination du taux de cristallinité ainsi que celle du rapport des phases majoritaires pyroxène/olivine constituent également un enjeu important. En effet, ces données permettront de contraindre les modèles de formation des grains dans la nébuleuse ainsi que les modèles de transport radial. De plus, les silicates sont de chimies diverses, et leurs transitions de phases complexes en font d'excellents indicateurs physico-chimiques de leur formation. S'ils présentent des défauts cristallins tels que les macles ou les dislocations, ils peuvent alors être des indicateurs d'épisode de choc ou de cinétique de refroidissement. Leur étude microstructurale permet d'obtenir de nombreuses informations quant à l'histoire thermique et mécanique des grains.
- Est ce que la matière cométaire ressemble aux IDPs ou aux micrométéorites ? Quelle est sa composition chimique moyenne ? Les particules cométaires contiennent-elles certains objets que l'on retrouve dans les météorites comme les chondres ou les inclusions réfractaires ? Trouve-t-on des indicateurs d'altération aqueuse ou de métamorphisme thermique ?

Ce sont ces questions assez générales qui guideront la démarche de cette thèse. Elles auront pour but d'apporter des indices concernant l'évolution physico-chimique des poussières interstellaires lors de leur incorporation dans le disque protoplanétaire. Plus en détail, il s'agit de s'intéresser aux modes de formation des cristaux à partir des précurseurs interstellaires amorphes, aux éventuels effets d'irradiation ou de choc et de comparer la matière cométaire de Wild 2 aux autres objets connus afin de la replacer dans un contexte plus global d'évolution.

Chapitre 2

Echantillons étudiés et Protocoles expérimentaux

Sommaire

2.1	La mission Stardust	37
2.1.1	La comète 81P/Wild2	38
2.1.2	Description technique de la mission Stardust	39
2.1.3	La collecte des grains cométaires	40
2.2	Tir expérimentaux	42
2.2.1	Principe de fonctionnement du canon	42
2.2.2	Détails des expériences réalisées	43
2.3	Préparation des échantillons	44
2.3.1	Extraction des grains de l'aérogel	44
2.3.2	Enrobage	46
2.3.3	Coupe par ultramicrotomie	47
2.3.4	Préparation par amincissement ionique	47
2.4	La Microscopie Electronique en Transmission	50
2.4.1	Description du microscope	50
2.4.2	Les techniques utilisées	51
2.4.3	L'analyse chimique par spectroscopie en énergie des rayons X (EDS)	61
2.4.4	Présentation technique des microscopes utilisés à Lille	64

2.1 La mission Stardust

Depuis la fin des années 70, de nombreuses missions ont permis de mieux comprendre la constitution des comètes. Lancée dès 1978, la sonde ICE (International Comet Explorer) a exploré la queue de plasma de la comète 21P/Giacobini-Zinner (ceinture de Kuiper) pour y étudier son interaction avec le vent solaire (von Roseninge *et al.*, 1986). En 1986, les sondes soviétiques VEGA (Sagdeev *et al.*, 1986) et Giotto de l'Agence spatiale européenne (Reinhard, 1986) ont pu obtenir

des images du noyau de la comète de Halley (nuage de Oort), mesurer ses dimensions ainsi que ses zones actives et inactives. Elles ont analysé le gaz et la poussière, déterminé la distribution en masse des particules, étudié le plasma et le champ magnétique dans l'environnement de la comète et l'interaction avec le vent solaire. Giotto a ensuite été redirigée vers la petite comète 26P/Grigg-Skjellerup (ceinture de Kuiper) qu'elle a survolé en juillet 1992. Plus récemment, la mission Deep Impact lancée en 2005 a lâché un boulet en cuivre de 370 kg percutant le noyau de la comète 9P/Tempel 1 avec une vitesse de 10 km/s. Le but de cette expérience était d'exposer les couches profondes du noyau cométaire, supposées composées de matière primitive, habituellement recouvertes par une croûte protectrice (A'Hearn *et al.*, 2005). Les résultats sont encore en cours d'analyse. Aussi, la mission Rosetta, de l'Agence spatiale européenne, a été lancée en mars 2004 vers la comète 67P/Churyumov-Gerasimenko. Elle doit l'atteindre en 2014 et l'accompagner jusqu'à la fin 2015. Elle permettra de cartographier en détail le noyau et d'observer l'environnement cométaire dans toutes les gammes du spectre électromagnétique (radio, infrarouge, visible, UV). Elle surveillera l'évolution de l'activité cométaire au fur et à mesure de l'approche du Soleil, analysera les grains de poussière qu'elle interceptera et le gaz environnant avec des spectromètres de masse. Un atterrisseur (Philae) tentera de se poser sur le noyau de la comète pour y effectuer des mesures physiques et chimiques à la surface et à une profondeur de quelques dizaines de centimètres (Glassmeier *et al.*, 2007) (revue d'après Crovisier (2004)).

La mission Stardust de la NASA est une mission du programme Discovery qui finance les missions à forte composante scientifique et à faible coût (168,4 millions de dollars US, hors coût de lancement). Lancée le 7 février 1999, la sonde a survolé la comète 81P/Wild 2 (ceinture de Kuiper) le 2 janvier 2004. Elle a permis de collecter les particules de poussière qui font l'objet de ce travail (Brownlee *et al.*, 2004, 2006). La sonde est maintenant redirigée vers la comète 9P/Tempel 1. Le survol est prévu pour février 2011.

Toutes ces missions ont permis et permettront d'obtenir des informations précieuses quant à la connaissance des comètes. Néanmoins, Stardust est unique du fait qu'elle a permis le second retour de matière extra-terrestre depuis les missions lunaires Apollo.

2.1.1 La comète 81P/Wild2

La comète 81P/Wild2 est de la famille "Jupiter" (ceinture de Kuiper), d'une période courte de 6,39 ans qui suit une trajectoire elliptique autour du Soleil. Son noyau présente une forme d'ellipsoïde triaxiale de grand axe compris entre 3 et 5 km (Fig. 2.1). Des calculs ont permis de déterminer l'histoire et l'avenir de son orbite (Królikowska & Szutowicz, 2006). Jusqu'en 1974, Wild 2 se trouvait entre Jupiter et un point situé au delà d'Uranus mais lors de son passage proche de Jupiter, sa trajectoire fut modifiée. Wild 2 se trouve désormais dans le système solaire interne, son périhélie¹ (1.49 AU) se trouvant près de l'orbite de Mars et son aphélie¹ (5.2 AU) proche de l'orbite de Jupiter. De ce fait, lorsque Stardust a survolé la comète, celle-ci n'avait effectué que cinq révolutions autour du soleil sur sa nouvelle orbite. En comparaison, la comète de Halley est

1. Le périhélie et l'aphélie sont les points de l'orbite d'un corps céleste (planète, comète) qui sont respectivement le plus rapproché et le plus éloigné du soleil autour duquel il tourne.



FIGURE 2.1 – Image du noyau de la comète 81P/Wild 2 prise par la caméra de navigation de la sonde Stardust. (Crédit NASA)

passée plus de cent fois près du Soleil, s'en approchant suffisamment pour que sa composition originelle ait pu être altérée.

2.1.2 Description technique de la mission Stardust

Lancée en février 1999 de Cap Kennedy (Brownlee *et al.*, 2003), la sonde a survolé la comète 81P/Wild 2 en janvier 2004. Elle est passée au plus proche à 236,4 km du noyau tout en traversant la coma dans le plan orbital (Sekanina *et al.*, 2004; Tsou *et al.*, 2004).

La sonde emportait avec elle différents instruments telles qu'un compteur d'impact de particules (DFMI : Dust Flux Monitor Instrument) (Tuzzolino *et al.*, 2004), ainsi qu'un spectromètre de masse CIDA (Cometary and Interstellar Dust Analyzer) (Kissel *et al.*, 2004). Une caméra haute résolution (Newburn *et al.*, 2003) a permis d'obtenir des images du noyau cométaire (Fig. 2.1) avec une précision jamais atteinte jusque là (Brownlee *et al.*, 2004). Ces images révèlent des reliefs perturbés et très variés avec des falaises atteignant une centaine de mètres et des cratères de plus d'un kilomètre de large. Wild 2 présente de nombreuses zones de dépressions. L'éjection des gaz et des poussières lors de la sublimation du noyau au voisinage du soleil ne se fait pas de manière uniforme à sa surface, mais sous forme de jets très localisés. Ils proviennent des régions actives de la comète, probablement des fissures plus ou moins larges, où la glace se vaporise. Si ces zones étaient dues à des collisions avec d'autres corps, cela donnerait un total de 23 cratères (Kirk *et al.*, 2005) avec des diamètres variant de 200 m à 2 km. Selon les prédictions de collisions dans la ceinture de Kuiper (Durda & Stern, 2000), et en prenant en compte les différents paramètres morphologiques du noyau, cela suggère une présence de Wild2 d'une période de 10^{12} d'années dans cette région (Burchell & Kearsley, 2009).

En plus des appareils d'acquisitions directes de données durant le survol de la comète, la sonde Stardust était équipée d'un collecteur de poussières (Aerogel Dust Collector) fait d'une armature

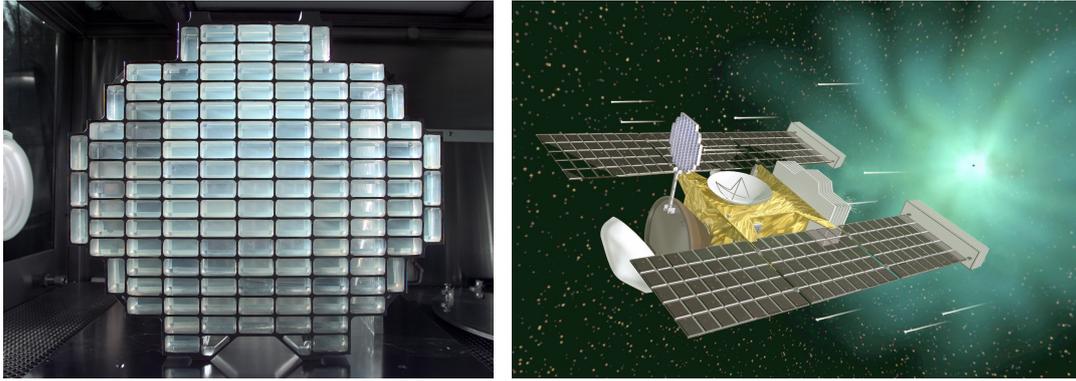


FIGURE 2.2 – A gauche, Le collecteur fait d’une armature en aluminium dans laquelle on retrouve des cellules d’aérogel de silice. A droite, vue d’artiste de la sonde avec son panneau déployé lors de la collecte du matériau cométaire.

en aluminium contenant des cellules d’aérogel de silice (Fig. 2.2). Ce collecteur est constitué de deux faces, une pour capturer les échantillons cométaires, l’autre pour la collecte de poussières interstellaires. Chaque face du collecteur est constituée de 132 cellules de $4 \times 2 \text{ cm}^2$, soit environ $1\,000 \text{ cm}^2$ de surface collectrice. Les blocs d’aérogel ont une épaisseur d’un centimètre du côté interstellaire, trois pour le côté cométaire. L’aérogel est un matériau de très faible densité, de très haute porosité (99.8% vol. de vide). Il permet la décélération des particules incidentes, arrivant avec une vitesse relative d’environ 6.1 km.s^{-1} (Hörz *et al.*, 2006), en dissipant progressivement l’énergie cinétique afin de les conserver les plus intactes possible. Ce matériau est utilisé pour la collecte de grains dans l’espace depuis 1992 (Tsou *et al.*, 1993). L’aérogel utilisé du côté cométaire a la particularité de présenter un gradient de densité, variant de $0,01$ à $0,05 \text{ g.cm}^{-3}$ de la surface à la face arrière du bloc.

Des feuilles d’aluminium recouvrant les armatures de ces collecteurs ont aussi permis la collecte de poussière (Hörz *et al.*, 2006). Au nombre de 296, ces feuilles représentent une surface collectrice de 153 cm^2 .

Le collecteur était placé dans une capsule, nommée SRC (Sample Return Capsule), prévue pour protéger le collecteur d’aérogel en dehors des phases de collecte, notamment lors du retour sur terre.

2.1.3 La collecte des grains cométaires

Durant le survol de Wild2, le collecteur a été exposé 9 jours avant la rencontre, jusqu’à la fermeture 5 heures après avoir atteint la position la plus proche du noyau (Tsou *et al.*, 2004). Les données du DFMI indiquent que deux vagues principales de poussières ont impacté le collecteur (Tuzzolino *et al.*, 2004; Green *et al.*, 2004), pour un total estimé à $2\,800 \pm 500$ particules d’au moins $15 \mu\text{m}$, ce qui est en fait très supérieur à ce qui est observé jusqu’à présent sur le collecteur de particules (Hörz *et al.*, 2006). La capsule SRC a été libérée par la sonde le 15 janvier 2006 à $111\,000 \text{ km}$ de la Terre et s’est posée sur Terre quelques heures plus tard. Elle a ensuite été transportée au Johnson Space Center (JSC) de la NASA à Houston où le collecteur a été placé en salle blanche.

Après un premier examen visuel et une documentation complète du collecteur, a commencé une phase d'extraction des échantillons devant être analysés pendant la phase d'étude préliminaire qui a duré jusque septembre 2006. Ils ont été en partie confiés à une centaine de laboratoires dans le monde, ce qui représente environ 200 chercheurs faisant partie de la « Preliminary Examination Team » (PET). Ensuite, ces mêmes échantillons, et d'autres non encore étudiés (jusqu'ici seul 1% de la récolte à fait l'objet d'études) ont été redistribués sur demande à certains laboratoires habilités, dont le nôtre.



FIGURE 2.3 – Photo du canon à double étage de l’université du Kent (UK)

2.2 Tir expérimentaux

Les études préliminaires de la phase du PET (janvier - septembre 2006) ont révélé des modifications structurales dues à l’élévation de température durant la collecte des particules dans l’aérogel (Hörz *et al.*, 2006; Zolensky *et al.*, 2006; Leroux *et al.*, 2008a). Afin d’appréhender les effets de collecte, nous avons effectué des expériences de capture d’échantillons connus dans des conditions identiques à celle de la mission Stardust. Nous présentons dans cette section la méthode et le matériel utilisé pour la réalisation de ces tirs expérimentaux. Ils ont été réalisés en collaboration avec le professeur Mark Burchell de l’université du Kent à Canterbury en Angleterre. Le laboratoire dans lequel il exerce dispose d’un canon à gaz comprimé à deux étages (Two Stage Light Gas Gun).

2.2.1 Principe de fonctionnement du canon

Le principe de fonctionnement de ce type de canon est le suivant : un cylindre est propulsé par l’explosion d’une poudre à canon dans une chambre dans laquelle se trouve un gaz, généralement de l’hydrogène. L’extrémité de la chambre cylindrique est formée d’un étranglement conique réduisant le diamètre du conduit. Le piston comprime le gaz dans sa chambre lors de son déplacement et la pression du gaz augmente. L’extrémité du cône est percée d’un orifice fermé par un diaphragme préformé. Lorsque la pression de l’hydrogène est suffisante pour qu’il y ait rupture du diaphragme, l’hydrogène très chaud et sous haute pression s’échappe de la chambre. Ce processus accélère le projectile vers la sortie du canon disposé de l’autre côté du diaphragme. Le projectile est constitué d’une petite capsule contenant l’échantillon faite de plusieurs parties qui vont se désolidariser, puis être stoppées par un diaphragme extérieur au canon laissant l’échantillon se diriger librement vers sa cible.

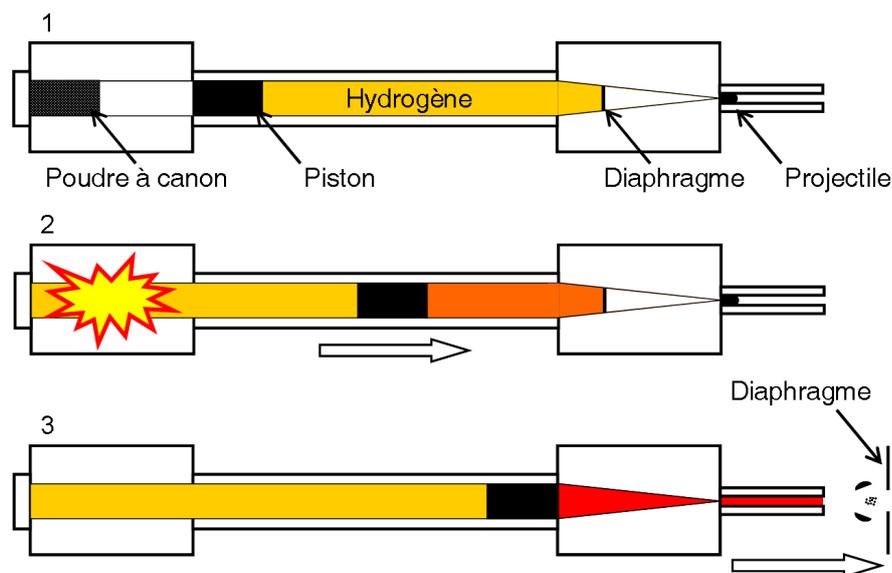


FIGURE 2.4 – Schéma du principe de fonctionnement d'un canon à double étage détaillé en trois étapes. (1) De la poudre à canon est placée dans une chambre ici à gauche du piston. De l'hydrogène est placé dans une chambre entre le piston et un diaphragme préformé permettant de gérer la pression d'évacuation des gaz. Le projectile se trouve de l'autre côté du diaphragme. (2) Après explosion de la poudre, le piston comprime l'hydrogène. (3) Une fois la pression limite de casse du diaphragme atteinte, le gaz expulse le projectile hors du canon.

Ce type d'équipement permet d'obtenir des vitesses équivalentes à celle des particules cométaires de Wild 2 durant la collecte. Le canon a une longueur d'environ un mètre et propulse le projectile de 0 à 6 km.s^{-1} . Cela équivaut à une accélération de près de 2 millions de fois l'accélération due à la gravité terrestre. Néanmoins, du fait de la petite taille des grains ($< 50 \text{ }\mu\text{m}$ de diamètre), chacun d'entre eux subit une pression de l'ordre du mégapascal, ce qui n'engendre pas de modification structurale, ou microstructurale. Pour se faire, il faudrait appliquer des pressions d'au moins trois ordres de grandeur supérieur.

2.2.2 Détails des expériences réalisées

Les tirs de projectiles ont été réalisés dans un aérogel identique à celui utilisé pour la mission Stardust. La vitesse est contrôlée en utilisant une combinaison de faisceaux laser ainsi que des capteurs d'impact sur des plaques d'arrêt disposées le long du canon. La précision de mesure est estimée à $\pm 2\%$. La chambre est maintenue à une pression d'environ 50 Pa.

Deux expériences de tir ont été réalisées avec des silicates d'origine naturelle. La première expérience est un tir d'olivine riche en magnésium (Fo_{91}), de taille de grain inférieure à $50 \text{ }\mu\text{m}$ (Fig.2.5a). Il s'agit d'une olivine broyée puis passée au tamis. La vitesse d'impact mesurée est de $6,49 \text{ km.s}^{-1}$. La seconde expérience concerne un pyroxène (Fig.2.5b), une enstatite En_{93} préparée avec la même procédure, de taille de grains toujours inférieure à $50 \text{ }\mu\text{m}$ mais cette fois la vitesse était de $6,05 \text{ km.s}^{-1}$.

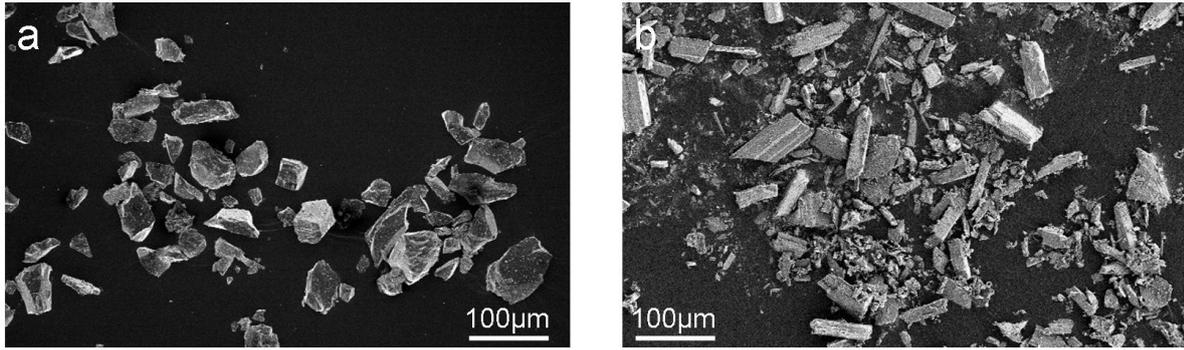


FIGURE 2.5 – Images de microscopie électronique à balayage des échantillons (a) d'olivine et (b) d'enstatite utilisés pour les tirs expérimentaux.

2.3 Préparation des échantillons

Les échantillons naturels caractérisés lors de cette étude ont été préparés dans des laboratoires affiliés à la NASA. Il s'agit du Johnson Space Center (JSC) de Houston et du département d'astronomie de l'université de Washington, Seattle. Au JSC sont préparées des particules extraites individuellement de l'aérogel. A l'université de Washington a été développée une technique de préparation permettant d'étudier une zone compressée de trace de décélération constituée d'un ensemble de fragments déposés lors du ralentissement de la particule incidente. Nous avons, pour notre part, effectué les préparations des échantillons résultant des expériences de tir. Les échantillons sont préparés pour être caractérisés en microscopie électronique en transmission, c'est à dire qu'ils nécessitent une épaisseur comprise idéalement entre 70 et 100 nm. Les méthodes de préparations sont détaillées dans les paragraphes qui suivent.

2.3.1 Extraction des grains de l'aérogel

Méthode employée au JSC : Cette préparation est décrite précisément dans l'article de Zolensky *et al.* (2008a). La préparation a lieu en salle blanche. Les cellules d'aérogel sont coupées à l'aide de micro-aiguilles de verre de boro-silicate fixées à des micromanipulateurs motorisés, placés sous une binoculaire (Fig.2.6a) (Westphal *et al.*, 2004). L'ensemble du système est placé sur une table isolée de toute vibration parasite par un système pneumatique. Il s'agit d'isoler la trace d'entrée du grain ainsi que la particule terminale. Cette étape peut prendre entre 8 et 36 heures en fonction de sa taille. Ces traces de décélération isolées sont appelés "keystones" (Fig.2.6b).

Après avoir localisé la particule, le keystone est disséqué à l'aide des aiguilles de verre. Afin de s'affranchir des problèmes électrostatiques, une source de ^{210}Po désionnissant le bloc est utilisée. Cette méthode n'est pas appliquée uniquement pour les particules se trouvant à l'extrémité de la trace de décélération, mais aussi pour des particules déposées tout au long de la trace. Plus de 250 particules de tailles comprises entre 1 et 40 μm de taille moyenne de 5 μm ont été extraites par cette technique.

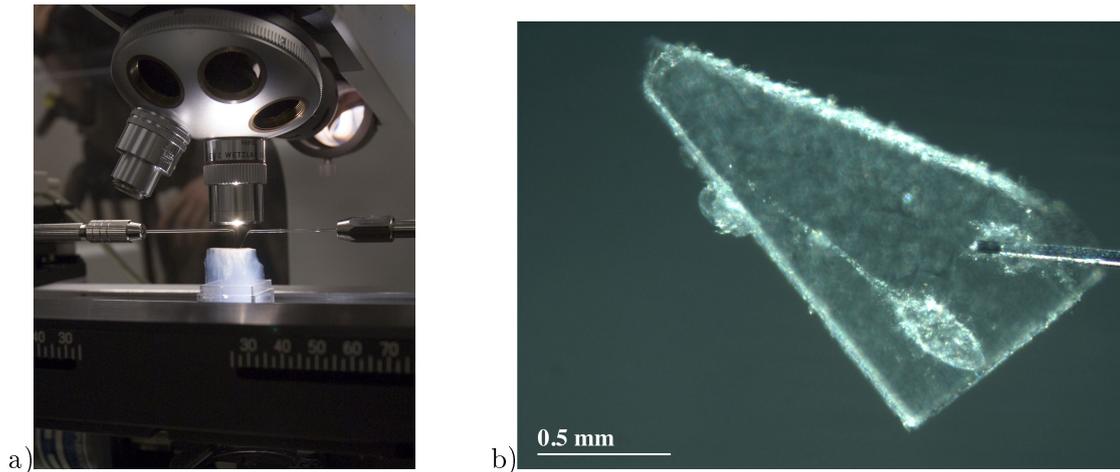


FIGURE 2.6 – a) Photo du microscope équipé de micromanipulateurs utilisé au Space Science Laboratory de Berkeley pour la découpe de keystone (représenté sur la photo b) et l’extraction de particules individuelles. (Crédit NASA)

Méthode employée au département d’astronomie de l’université de Washington :

Cette préparation est décrite précisément dans l’article de Matrajt & Brownlee (2006). L’objectif est de préparer un bloc d’aérogel contenant de nombreuses particules au lieu d’extraire les particules une à une, tout en préservant en partie les relations entre grains. Pour cela, les traces à analyser sont découpées en utilisant une méthode développée par Ishii *et al.* (2005) nommée “Quikstone System”, plus rapide que celle utilisée pour les keystones. Dans ce cas, on applique une fréquence ultrason à un micro-couteau, en diamant ou métal via un système piezzoélectrique monté sur un micromanipulateur. Cette méthode est très efficace et permet de limiter les dommages liés à cette étape sensible. Ce système est lui aussi isolé des vibrations extérieures et placé en salle blanche. Cette méthode permet entre autre d’effectuer des coupes sur de plus longues distances mais aussi de couper la trace de décélération elle même en plusieurs blocs sans créer trop de dommages et de perte d’échantillons (Fig. 2.7). La partie d’aérogel extraite est compressée manuellement entre deux lames de verre préalablement recouvertes de feuilles de papier mylar de 2,5 μm d’épaisseur afin de limiter les effets d’adhésion. Un bloc initialement de taille millimétrique aura finalement une épaisseur de 10 à 100 μm .

Extraction a Lille : Tout comme au Johnson Space Center, nous procédons par extraction individuelle de particules . Ne disposant pas de micromanipulateurs au laboratoire, il a fallu mettre en place une méthode permettant d’isoler la poussière sélectionnée. Après avoir coupé l’aérogel avec une lame de rasoir et isolé une trace de décélération particulière, la technique consiste à effectuer des compressions successives d’aérogel sur des lames de verre en coupant l’aérogel compressé autour de la particule à chaque itération. En effet, la coupe devient plus précise une fois le matériau densifié et on s’affranchit de plus des effets électrostatiques grâce à l’adhérence de l’aérogel sur le verre. On compresse et coupe jusqu’à isoler parfaitement la poussière. Ceci est bien évidemment réalisable du fait de la faible “valeur” des échantillons associée à leur grand nombre.

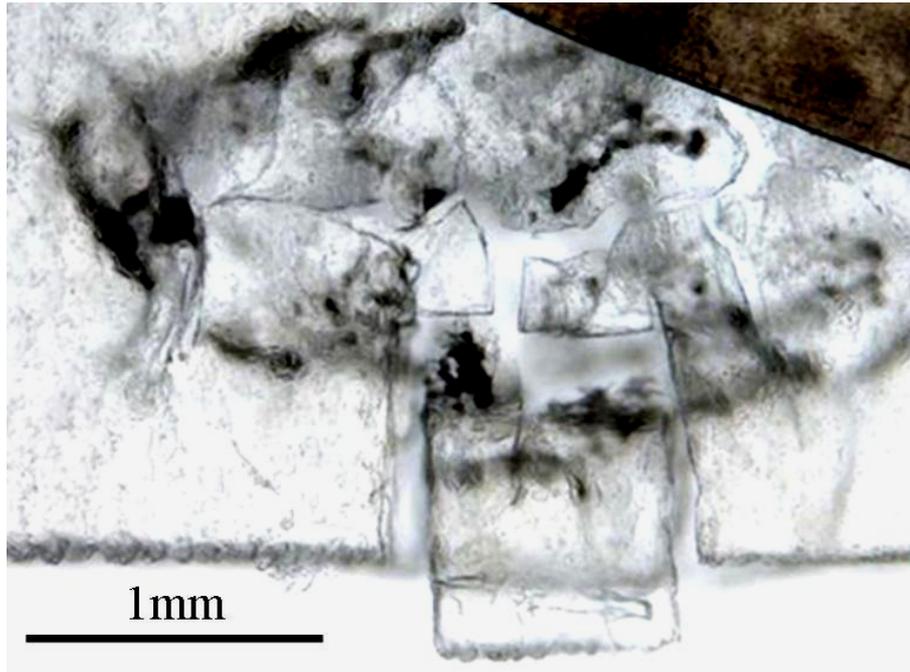


FIGURE 2.7 – Paroi d’une trace de décélération (la n°80) coupée en utilisant la méthode de “Quikstone System”. Ce bloc extrait est ensuite compressé entre deux lames de verre afin d’augmenter la densité de particules.

2.3.2 Enrobage

Avant de couper les particules en tranches ultraminces, il faut enrober les préparations dans une résine permettant de rigidifier l’ensemble. Plusieurs types de résines d’enrobage ont été utilisés pour la préparation des échantillons de Stardust. Il y a, par exemple, celle à base de soufre permettant la caractérisation des phases organiques, celle à base d’acrylate pouvant être nettoyée par solvant après coupe. La résine employée pour enrober les particules provenant du JSC ainsi que celles de Lille est une époxy de faible densité, nommée “EMBED 812”. Cette résine est composée de quatre éléments : EPON-812 substitue (mélange d’époxy), NMA (Nadic Methyl Anhydride), DDSA (DoDecenyl Scinic Anhydride) et DMP-30. Ceci permet de faire varier les proportions des différents constituants afin d’optimiser les capacités d’imprégnation, la dureté, la couleur et la vitesse de polymérisation. Ces paramètres sont très importants pour la qualité de la coupe microtome et il faut trouver le bon compromis. Une résine qui imprégnera très bien sera plus dure et cassante et une résine qui polymérise rapidement sera plus foncée ce qui complique l’observation lors de la coupe. Nous ne connaissons pas les détails du mélange retenu par le JSC. Dans notre cas, la composition retenue après divers essais est la suivante : mélange A : 5 ml de 812 + 8 ml de DDSA ; mélange B : 8 ml de 812 + 7 ml de NMA. On chauffe ces deux mélanges à 60°C durant 5 minutes environ avant de les rassembler et d’y ajouter 0,4 ml de DMP-30. La résine est alors déposée sur l’échantillon en utilisant un appareil d’imprégnation sous vide.

Pour la préparation réalisée à Lille, l’enrobage se fait directement sur la lame de verre ayant servi aux compressions successives de manière à éviter toute manipulation directe de la poussière en la changeant de support. Pour cela nous collons un pot en plastique utilisé couramment pour les

enrobages avec une cire en veillant à rendre bien étanche les zones en contact. Nous laissons sous vide durant une heure afin d'éliminer les bulles d'air. L'ensemble est ensuite placé dans une étuve durant 4 jours à 60°C.

Dans le cas des blocs d'aérogel compressé, l'enrobage a été réalisé avec une résine acrylique de type WELD-ON 40 soluble dans du chloroforme.

2.3.3 Coupe par ultramicrotomie

La coupe par ultramicrotomie permet d'obtenir des tranches d'échantillon d'épaisseur de l'ordre de la centaine de nanomètre. L'échantillon est placé sur un bras effectuant des mouvements de haut en bas. Le couteau (Fig. 2.8a), immobile, est fixé sur le socle de l'appareil. A chaque mouvement de va et vient, le bras incrémente sa distance l'approchant ainsi du couteau, d'une valeur fixée par l'opérateur (Fig. 2.8b). A chaque passage, on coupe donc une fine section de l'échantillon, d'une épaisseur pouvant varier entre 50 et 300 nm environ (Fig. 2.8c). Le couteau, en diamant est monté sur un support sur lequel on trouve un réservoir d'eau très pure permettant la récupération des sections (Fig. 2.8a). L'épaisseur des sections est contrôlable en utilisant leurs couleurs celle-ci étant directement liée à la loi de réflexion de la lumière (Peachey, 1958).

Les plots de résines contenant les particules sont préparés pour les coupes en réalisant un fraisage pour obtenir une forme de trapèze en surface améliorant la qualité des coupes. L'ultramicrotome utilisé est de la marque Reichert-Jung et de type Ultracut E. On utilise un couteau Diatome d'angle de coupe de 35° en diamant. La vitesse de coupe choisie est très faible, comprise entre 0,2 et 0,4 mm.s⁻¹ et l'épaisseur comprise entre 80 et 120 nm. Au JSC, le couteau utilisé est un Diatome ultra 35° monté sur un ultramicrotome de marque Leica, de type EM UC6. La difficulté principale pour la réalisation de ce travail est de repérer le début de coupe de l'échantillon. En effet, il ne se trouve pas en surface du plot ceci à cause d'une faible épaisseur d'aérogel résiduelle et de résine passant sous l'échantillon lors de l'imprégnation. Les sections sont finalement déposées sur des grilles de microscopie. Elles sont d'un diamètre de 3 mm, faites d'une armature en cuivre sur laquelle est déposé un film de carbone amorphe nécessaire à l'évacuation des charges liées au faisceau d'électrons. Celles utilisées à Lille disposent en supplément d'un film amorphe de formvar assurant la tenue des coupes sur la grille.

Les échantillons du bloc d'aérogel compressé sont coupés de la même manière. Après cette étape, les coupes sont nettoyées en utilisant du chloroforme afin de dissoudre la résine acrylique.

2.3.4 Préparation par amincissement ionique

Afin d'effectuer les observations préalables des échantillons naturels utilisés pour les collectes expérimentales et de réaliser des standards pour la calibration du système d'analyse chimique des microscopes, quelques préparations d'échantillons par amincissement ionique ont été réalisées. C'est une technique de préparation traditionnelle pour la microscopie électronique en transmission. La première étape consiste à prélever une tranche de matière puis de l'abriter et la polir mécaniquement des deux côtés jusqu'à obtenir une épaisseur de l'ordre de 20 à 30 µm. On utilise

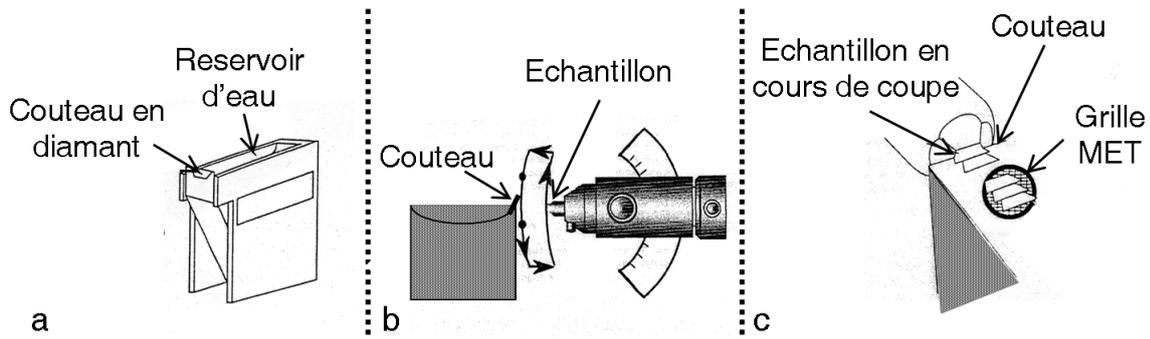


FIGURE 2.8 – a) Schéma d'un couteau utilisé lors de coupes par ultramicrotomie. Le réservoir d'eau sert à récupérer les lames après leur coupe. (b) Schéma illustrant le mouvement du bras articulé d'un microtome durant la coupe. (c) Schéma illustrant le résultat d'une coupe par ultramicrotomie.

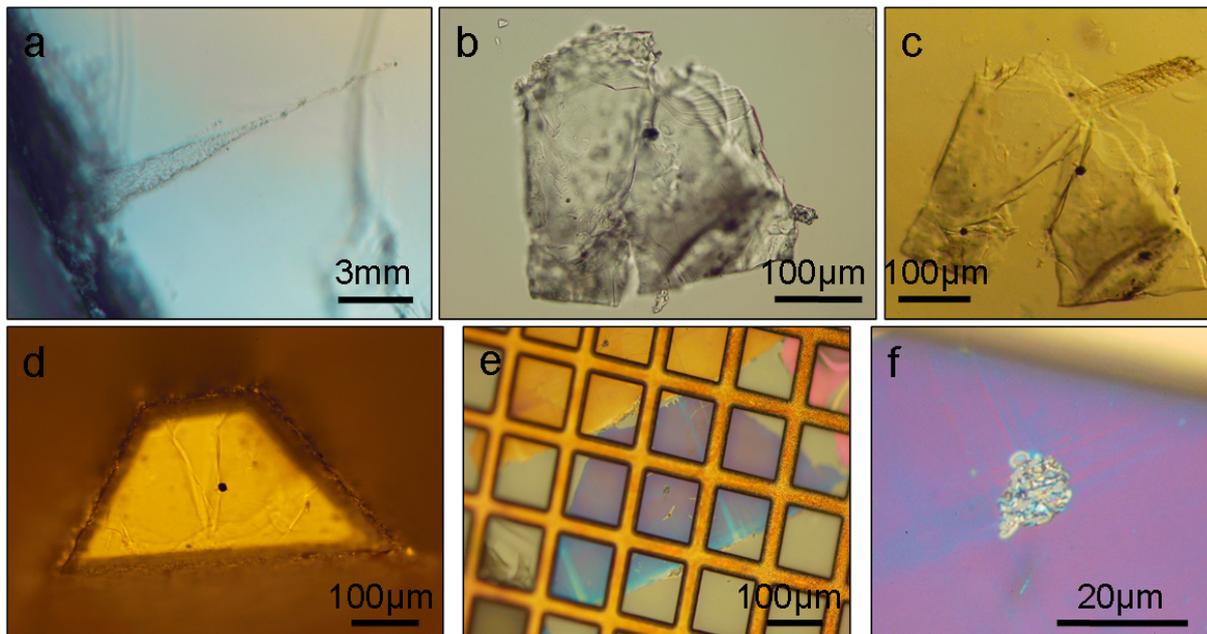


FIGURE 2.9 – Les différentes étapes de préparation d'échantillon menée à Lille : a) Image d'une trace de décélération formée durant la collecte expérimentale menée en laboratoire. b) Particule terminale d'une trace de décélération isolée. c) Particule terminale après enrobage. d) Plot contenant la particule terminale préparé par usinage en forme de trapèze pour la coupe par ultramicrotomie. e) Une section déposée sur une grille de microscopie. f) Image optique d'une section de la particule terminale.

pour cela des papiers abrasifs de taille de grain décroissante au cours de l'avancement du travail. Le polissage final est réalisé à l'aide de poudre d'alumine. On colle alors la préparation sur une grille de microscopie en cuivre percée au centre. Nous réalisons ensuite un amincissement par bombardement d'ions primaires pour éroder la surface de l'échantillon. L'amincisseur ionique utilisé est de la marque Gatan. Il est constitué de deux canons émettant des ions argon accélérés sous une tension de 5 keV avec un courant de 1 mA. Les faisceaux d'ions attaquent la surface avec un angle d'environ 15° jusqu'à obtenir un trou à bords minces. Ce sont ces zones minces, en biseau, qui seront observables dans un microscope électronique en transmission. Les lames reçoivent un dépôt de carbone par évaporation dans un métalliseur carbone afin d'évacuer les charges dues au faisceau d'électrons pendant l'observation.

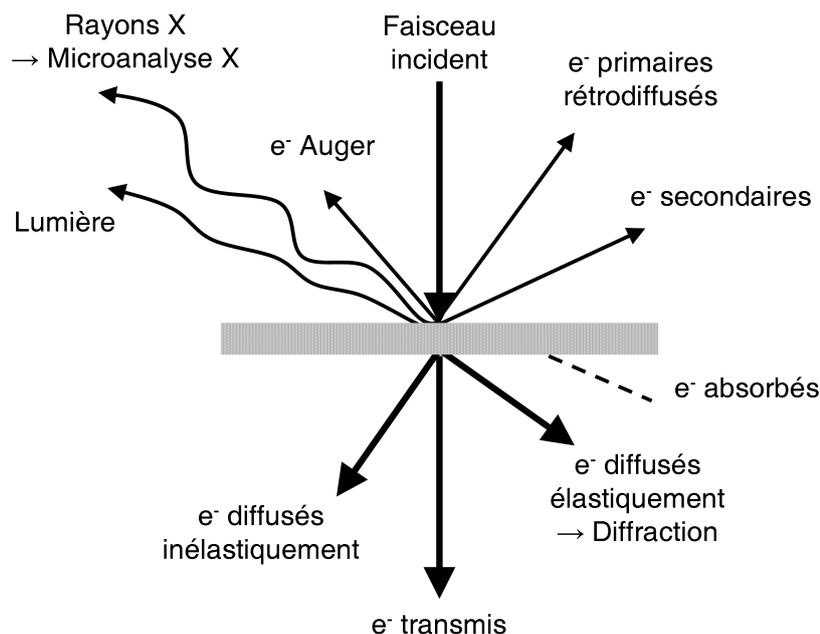


FIGURE 2.10 – Schéma illustrant les différents signaux issus de l'interaction entre les électrons et la matière.

2.4 La Microscopie Electronique en Transmission

La dimension des poussières de comète fait de la microscopie électronique en transmission l'outil le plus adapté pour la caractérisation minéralogique de leurs constituants. L'interaction entre les électrons et la matière est forte en comparaison à celle mettant en jeu les rayons X. Elle génère de nombreux signaux présentés sur la figure 2.10. En microscopie électronique en transmission, l'imagerie et la diffraction électronique en aire sélectionnée sont les techniques les plus utilisées. Elles mettent en jeu les faisceaux issus des interactions élastiques entre les électrons et le matériau. Néanmoins, de nombreuses autres interactions sont à considérer, comme la diffusion inélastique qui conduit à la perte d'énergie des électrons transmis (de quelques eV à quelques keV), ou l'émission de rayons X lors de la désexcitation des atomes après leur interaction avec les électrons incidents. Il existe bien d'autres signaux qui ne seront pas exploités au cours de cette étude et qui ne seront donc pas développés ici. Nous avons principalement travaillé en imagerie et diffraction conventionnelle ainsi qu'en spectroscopie en dispersion d'énergie (EDS). Ces techniques seront présentées après une brève description du microscope.

2.4.1 Description du microscope

Le microscope est constitué de trois parties principales (Fig.2.11) :

- Une partie "illumination" de l'échantillon, constituée essentiellement du canon à électrons ainsi que des lentilles permettant de faire varier les conditions d'illumination de l'échantillon (faisceau parallèle ou convergent).

- Une partie "formation" de la première image et du premier cliché de diffraction réalisée par la lentille objectif.
- Une partie "grandissement et projection" de l'image ou du cliché de diffraction sur l'écran ou sur les différents dispositifs d'acquisition. Elle est réalisée par la lentille intermédiaire et des lentilles de projection.

Les lentilles sont des lentilles électromagnétiques dont la distance focale varie avec le courant appliqué.

La partie illumination consiste en un canon à électrons, constitué d'un filament, dans notre cas d'un monocristal d'hexaborure de lanthane LaB_6 associé à un Wehnelt et à un ensemble de lentilles. Cet ensemble génère un faisceau monochromatique d'électrons couramment accélérés sous une tension de 200 ou 300 kV en science des matériaux. La longueur d'onde associée aux électrons accélérés est très courte ($\lambda \approx 2,5 \text{ pm}$ pour $V = 200 \text{ kV}$ et $\lambda \approx 2 \text{ pm}$ pour $V = 300 \text{ kV}$). La résolution donnée en première approximation par la loi d'Abbe ($d = \frac{\lambda}{2 \sin \alpha}$ avec d la limite de résolution, λ la longueur d'onde et α l'ouverture de l'objectif) est donc accrue par l'utilisation de très faibles longueurs d'onde, d'où l'intérêt de la microscopie électronique.

Dans un microscope électronique en transmission, la formation de la première image et du premier cliché de diffraction est réalisée par la lentille objectif (Fig.2.11). Comme en optique photonique, la lentille possède deux plans focaux, objet et image. La différence principale avec l'optique photonique est le fait que la distance focale des lentilles varie en fonction du courant qu'on leur applique. Un diaphragme de contraste est positionné dans le plan focal image et un diaphragme d'aire sélectionnée dans le plan objet. Par construction, ces deux diaphragmes occupent des positions fixes ce qui implique que le courant de la lentille objectif doit être lui aussi fixe et réglé de façon à ce que l'objet et le plan focal image soient conjugués.

2.4.2 Les techniques utilisées

2.4.2.1 La diffraction électronique

La diffraction d'un rayonnement incident de longueur d'onde λ pour une famille de plans réticulaires hkl d'un cristal est donné par la loi de Bragg (Fig.2.12) :

$$2.d_{hkl} \cdot \sin \theta_b = n \cdot \lambda \quad (2.1)$$

Cette condition est également représentée en utilisant la sphère d'Ewald qui couple l'espace direct et l'espace réciproque (Fig.2.13). Le cristal se trouve au centre O d'une sphère de rayon $1/\lambda$. Le réseau réciproque de ce cristal a pour origine O^* . Il se situe à l'extrémité du faisceau transmis de vecteur d'onde \vec{k}_0 . Si le cristal est orienté de façon à ce qu'un nœud du réseau réciproque se situe exactement sur la sphère alors la relation de Bragg est vérifiée et il y a diffraction dans la direction de vecteur d'onde \vec{k} telle que :

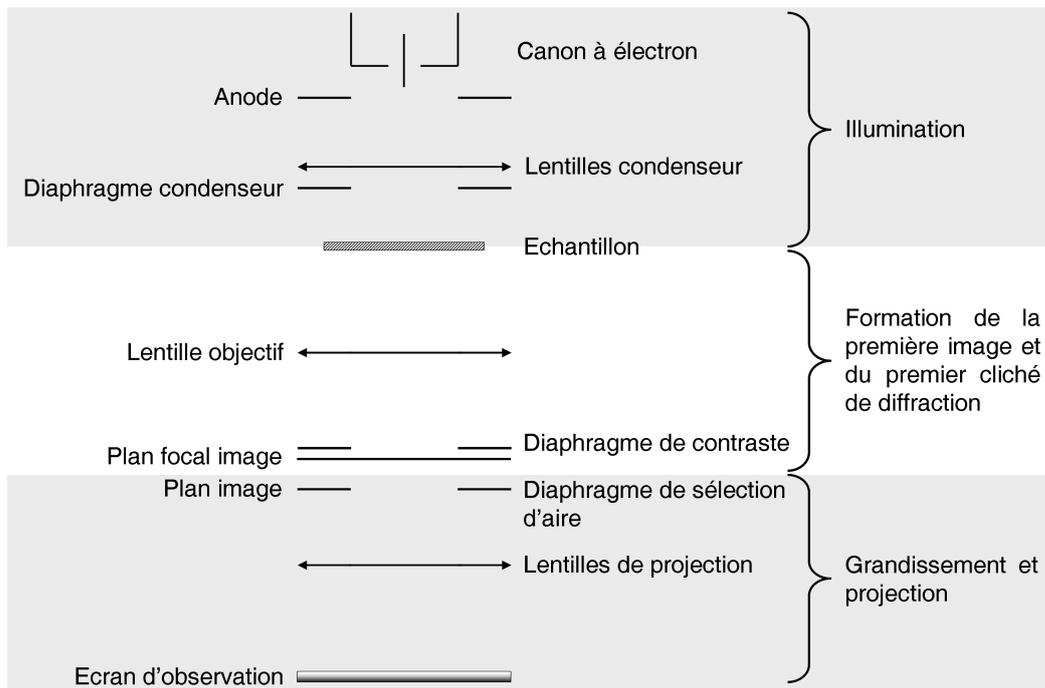


FIGURE 2.11 – Schéma simplifié d'un microscope électronique en transmission.

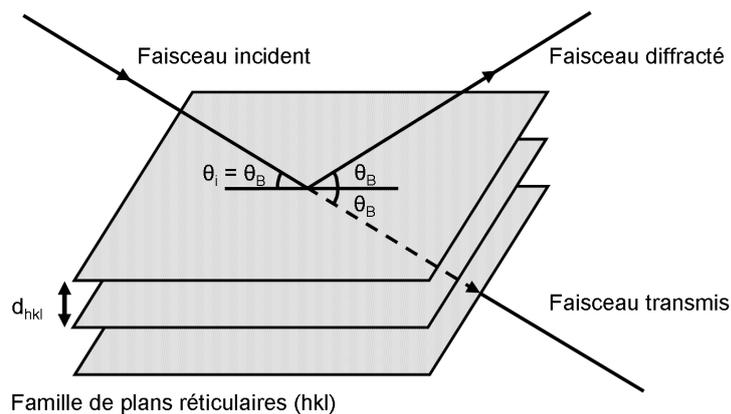


FIGURE 2.12 – Réflexion sélective de Bragg sur une famille de plans réticulaires (hkl). Le faisceau incident faisant un angle θ_i satisfaisant la loi de Bragg, il y a réflexion sélective sur une famille de plans réticulaires amenant à l'émergence d'un faisceau diffracté.

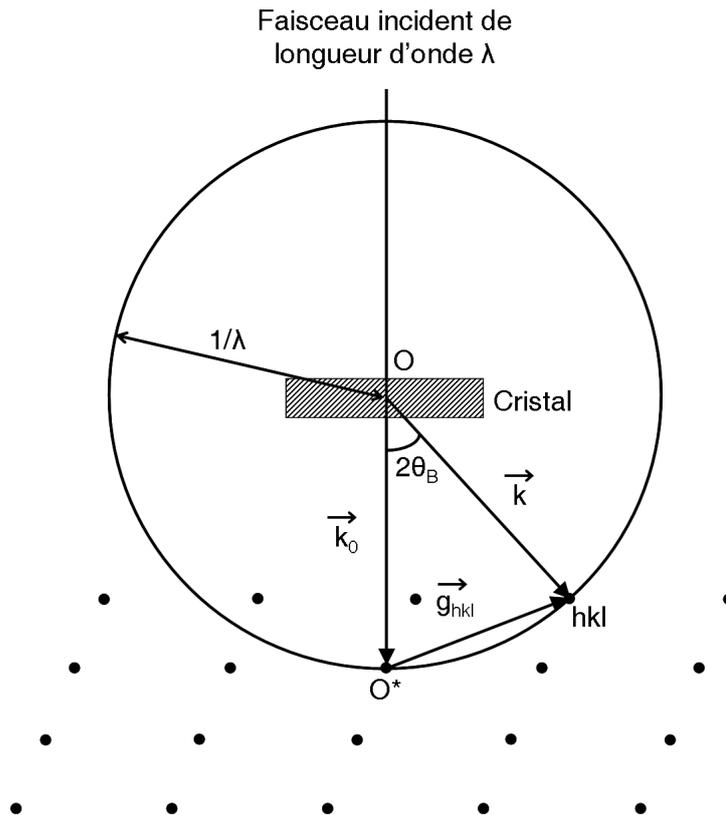


FIGURE 2.13 – Schéma représentant la construction d'Ewald. Le cristal se trouve au centre O d'une sphère de rayon $1/\lambda$. Le réseau réciproque de ce cristal a pour origine O^* , qui se situe à l'intersection de la sphère et du faisceau transmis. Si un nœud du réseau réciproque est exactement situé sur la sphère, alors la relation de Bragg est vérifiée.

$$\vec{k} - \vec{k}_0 = \vec{g}_{hkl} \quad (2.2)$$

\vec{g}_{hkl} est le vecteur de réseau réciproque perpendiculaire à la famille de plans réticulaires (hkl) de norme $1/d_{hkl}$.

Les échantillons étant de faible dimension suivant la direction du faisceau incident on observe un allongement des nœuds du réseau réciproque parallèlement à cette direction (Fig. 2.14). Il y a un relâchement de la condition de Bragg qui devient :

$$\vec{k} - \vec{k}_0 = \vec{g}_{hkl} + \vec{s}$$

\vec{s} est le vecteur excitation ou écart aux conditions de Bragg. Il joint le nœud de l'espace réciproque à la sphère d'Ewald. Par convention s est positif si il est orienté dans le sens du faisceau incident et négatif dans le sens contraire.

Le rayon de la sphère d'Ewald ($1/\lambda$ environ égal à 10^{12}m^{-1}) est très grand devant les dimensions du réseau réciproque ($1/d \approx 10^{10} \text{m}^{-1}$). Elle l'intercepte donc suivant une coupe plane (Fig. 2.15).

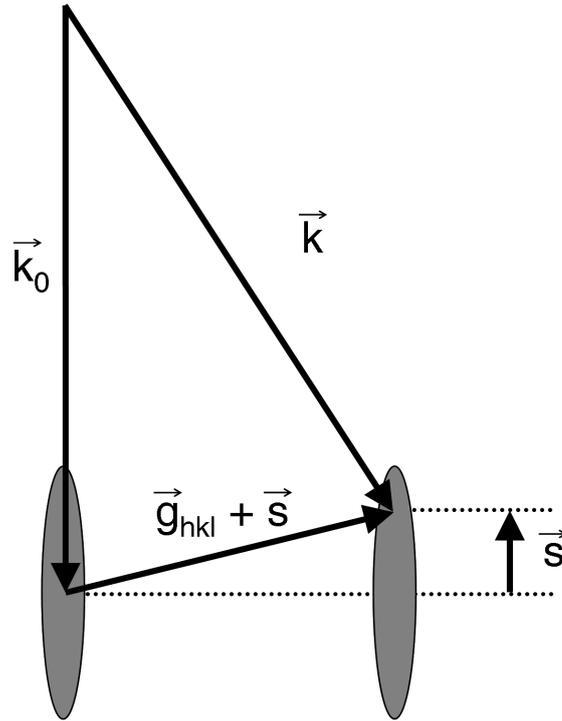


FIGURE 2.14 – Représentation des écarts à la loi de Bragg dans l'espace réciproque. L'allongement des nœuds est du à la faible épaisseur des échantillons dans l'espace réel.

Cette coupe est symétrique par rapport au faisceau transmis lorsque celui-ci est orienté suivant un axe de zone du cristal.

Formation d'un cliché de diffraction : La diffraction en aire sélectionnée (Selected Area Electron Diffraction) est la technique la plus couramment employée en diffraction électronique. Le faisceau d'électrons incident est parallèle à l'axe optique de sorte que les faisceaux transmis et diffractés sont focalisés dans le plan focal de l'objectif (Fig.2.16a). Le diaphragme situé dans le plan image de la lentille objectif permet de sélectionner la partie de l'objet qui diffracte. Pour un échantillon monocristallin, le cliché de diffraction est donc un cliché de points. Dans le plan focal, les taches correspondants aux faisceaux transmis et diffractés sont distantes de :

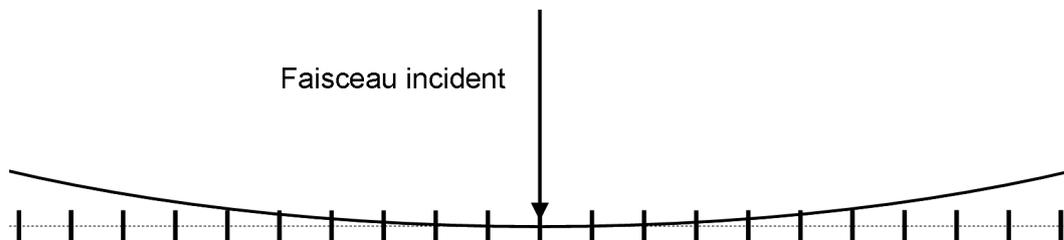


FIGURE 2.15 – Représentation de la sphère d'Ewald en tenant compte de son grand diamètre et des écarts aux conditions de Bragg. De nombreux bâtonnets sont interceptés par la sphère donnant lieu à de multiples diffractions pour la même orientation du cristal.

$$D_{hkl} = f.tan(2\theta_b) \approx f.2\theta_b \quad (2.3)$$

avec f distance focale de la lentille objectif. Pour le cliché finalement projeté sur l'écran ou le film, on obtient de même

$$D_{hkl} \approx 2.L.\theta_b \quad (2.4)$$

où L représente la longueur de caméra du microscope. D'après la loi de Bragg (eqn 2.1) au premier ordre ($n=1$), on obtient :

$$d_{hkl}.D_{hkl} = L.\lambda = C \quad (2.5)$$

C est appelée constante de diffraction. Elle est propre à chaque microscope et déterminée au préalable sur des standards dont on connaît les distances inter-réticulaires. Pour indexer le diagramme et déterminer l'orientation du cristal, il suffit de mesurer les distances et angles entre taches de diffraction pour en déduire les familles de plans correspondant dans l'espace direct. Les indexations sont généralement confirmées par des simulations ("Electron Diffraction " (J.P. Morniroli) ou " JEMS " (P. Stadelmann)).

La précession électronique : La précession électronique proposée par Vincent & Midgley (1994) est une technique récente qui augmente considérablement les possibilités de la diffraction électronique. Elle permet en effet de prendre en compte les intensités et non plus seulement la position des taches diffractées sur un cliché de points.

En précession, le faisceau n'est pas fixe mais balaye une surface conique d'axe parallèle à l'axe optique et dont le sommet se trouve sur l'échantillon. Le balayage synchrone et opposé par les bobines défectrices placées sous l'échantillon rétablit le cliché de points dans le plan de la diffraction (Fig. 2.17). Le cliché de diffraction est donc obtenu par balayage séquentiel du réseau réciproque (Fig. 2.18). La précession présente de nombreux avantages :

- Les clichés obtenus sont symétriques, même si l'échantillon n'est pas parfaitement orienté suivant un axe de zone.
- Les taches de diffraction sont plus nombreuses.
- Elle limite les situations de multiple diffraction (diffraction d'un rayon diffracté par une autre famille de plan) qui perturbent les intensités.
- Les intensités sont en relation plus étroite avec le facteur de structure (Sinkler & Marks, 2010).

Dans le cadre de cette étude, l'utilisation de la précession en routine permet de caractériser sans ambiguïté les phases cristallines présentes, dans des situations où les possibilités d'inclinaison de l'échantillon sont généralement limitées.

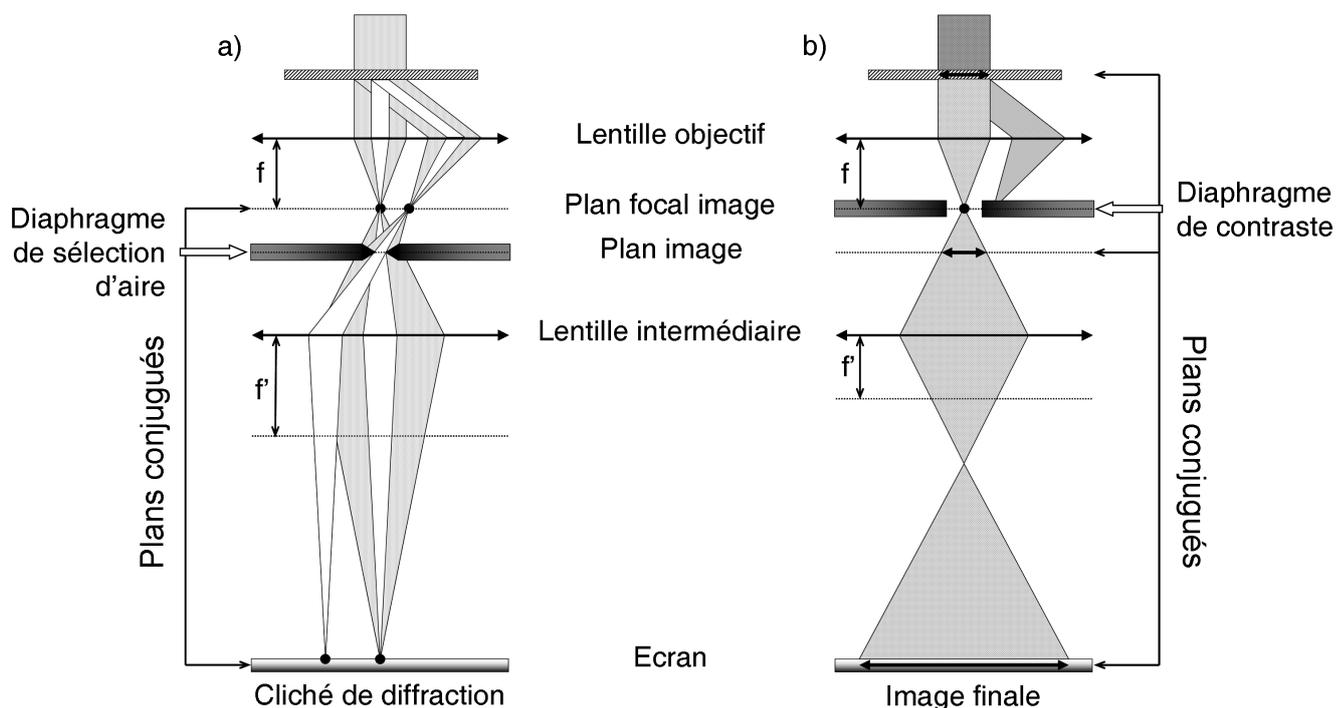


FIGURE 2.16 – Trajet des électrons (a) en mode diffraction en aire sélectionnée : cas où une famille de plans est en position exacte de Bragg. (b) en mode imagerie.

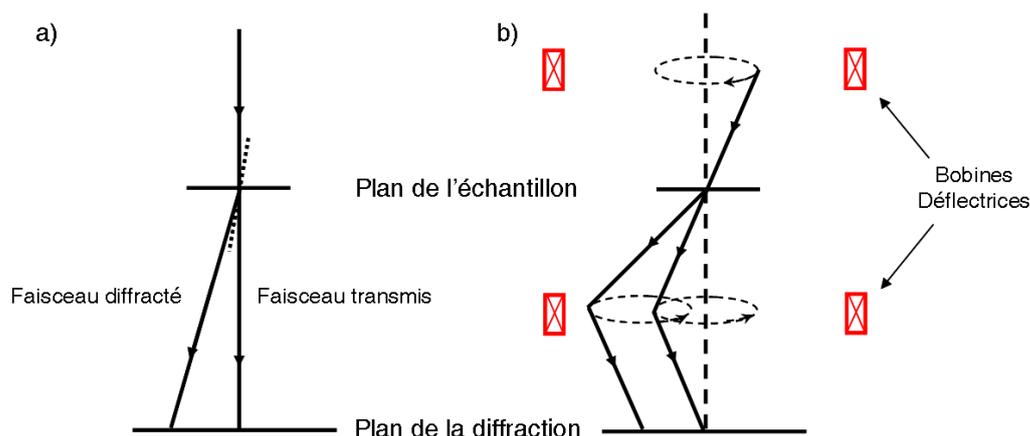


FIGURE 2.17 – Schéma de principe de la précession électronique. Le faisceau balaye une surface conique d'axe parallèle à l'axe optique, dont le sommet se trouve sur l'échantillon. Le balayage synchrone et opposé par les bobines déflectrices sous l'échantillon rétablit le cliché de points dans le plan de la diffraction.

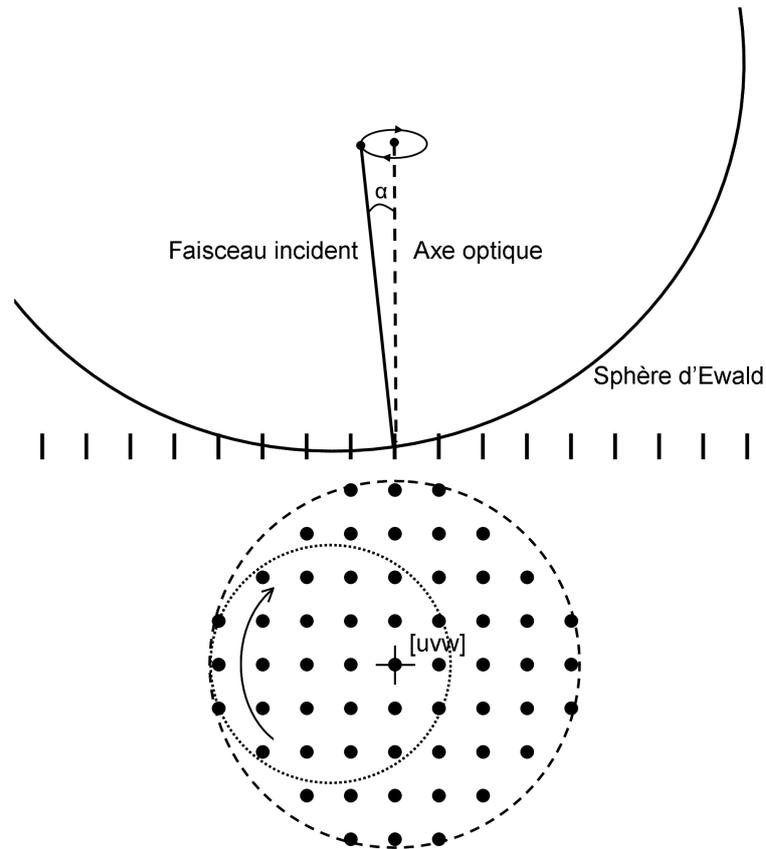


FIGURE 2.18 – Schéma illustrant le principe de la précession électronique dans la sphère d'Ewald. Le mouvement de la sphère associé à la rotation du faisceau incident permet d'intégrer l'intensité des bâtonnets des nœuds du réseau réciproque. Quand le faisceau est incliné, moins de réflexions interceptent la sphère d'Ewald. (Source : J. P. Morniroli)

2.4.2.2 Formation d'une image

Selon le schéma de la figure 2.16(b), l'objectif forme une première image inversée de l'objet dans son plan image. Le diaphragme de contraste situé dans le plan focal image est utilisé pour obtenir une image contrastée. Il limite l'angle d'ouverture des rayons qui quittent tout point de la face de sortie de l'échantillon (Fig. 2.16). Voyons en détail les différents modes d'imagerie dans la section suivante.

Imagerie champ clair / champ sombre en faisceau parallèle : Le contraste de diffraction est obtenu en isolant le faisceau transmis ou un faisceau diffracté à l'aide du diaphragme de contraste. Le cristal étudié est orienté de telle sorte qu'une seule famille de plans (hkl) soit en position de Bragg. C'est le mode "deux ondes". Dans le mode champ clair, le diaphragme de contraste est placé sur le faisceau transmis (Fig.2.19a). Les zones diffractantes sont sombres du fait de la perte d'électrons dans le faisceau transmis. Pour le mode champ sombre, le diaphragme de contraste est centré sur un rayon diffracté hkl, c'est à dire que seuls les rayons correspondant à la réflexion hkl contribuent à la formation de l'image. Les zones diffractantes apparaissent alors claires. Dans ces conditions (Fig. 2.19b), le faisceau utilisé pour former l'image est incliné par rapport à l'axe optique du microscope. Ceci engendre des distorsions dues aux aberrations géométriques de l'objectif. Afin de pallier à ce problème, on incline le faisceau incident d'un angle $-2\theta_b$ de manière à amener le faisceau diffracté parallèle à l'axe optique (Fig. 2.19c). On sélectionne alors la diffraction $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$.

2.4.2.3 Imagerie en faisceau faible et caractérisation de dislocations

Le champ sombre en faisceau faible (weak-beam) permet l'obtention d'images fines des dislocations. Cette méthode a été mise au point par Cockayne *et al.* (1969). Elle s'effectue en condition "deux ondes" (\vec{g}_{hkl}). Elle consiste à écarter le cristal de la position exacte de Bragg afin d'exciter les réflexions d'ordre supérieur de la même rangée ($n \times \vec{g}_{hkl}$). En champ sombre, l'image du cristal, non orienté pour la diffraction \vec{g}_{hkl} considérée, apparaît donc très sombre. Seuls les défauts induisant des distorsions du réseau et des modifications locales des conditions de Bragg apparaîtront clairs. Plus le cristal est désorienté, plus la zone diffractante sera localisée autour des zones de forte distorsion, c'est-à-dire près de cœur du défaut.

Les vecteurs de Burgers des dislocations présentes dans les silicates rencontrés sont caractérisés en utilisant une technique s'appuyant sur un critère d'extinction en mode imagerie. Le contraste d'un défaut est associé à son champ de déplacement \vec{R} qui induit une distorsion locale du réseau. Ce champ est à l'origine d'un déphasage α de l'onde diffractée :

$$\alpha = 2\pi\vec{g}\cdot\vec{R} \quad (2.6)$$

\vec{g} étant le vecteur de diffraction à l'origine du contraste du défaut. Dans le cas où $\vec{g}\cdot\vec{R} = 0$ (ou un entier), le défaut n'est pas en contraste.

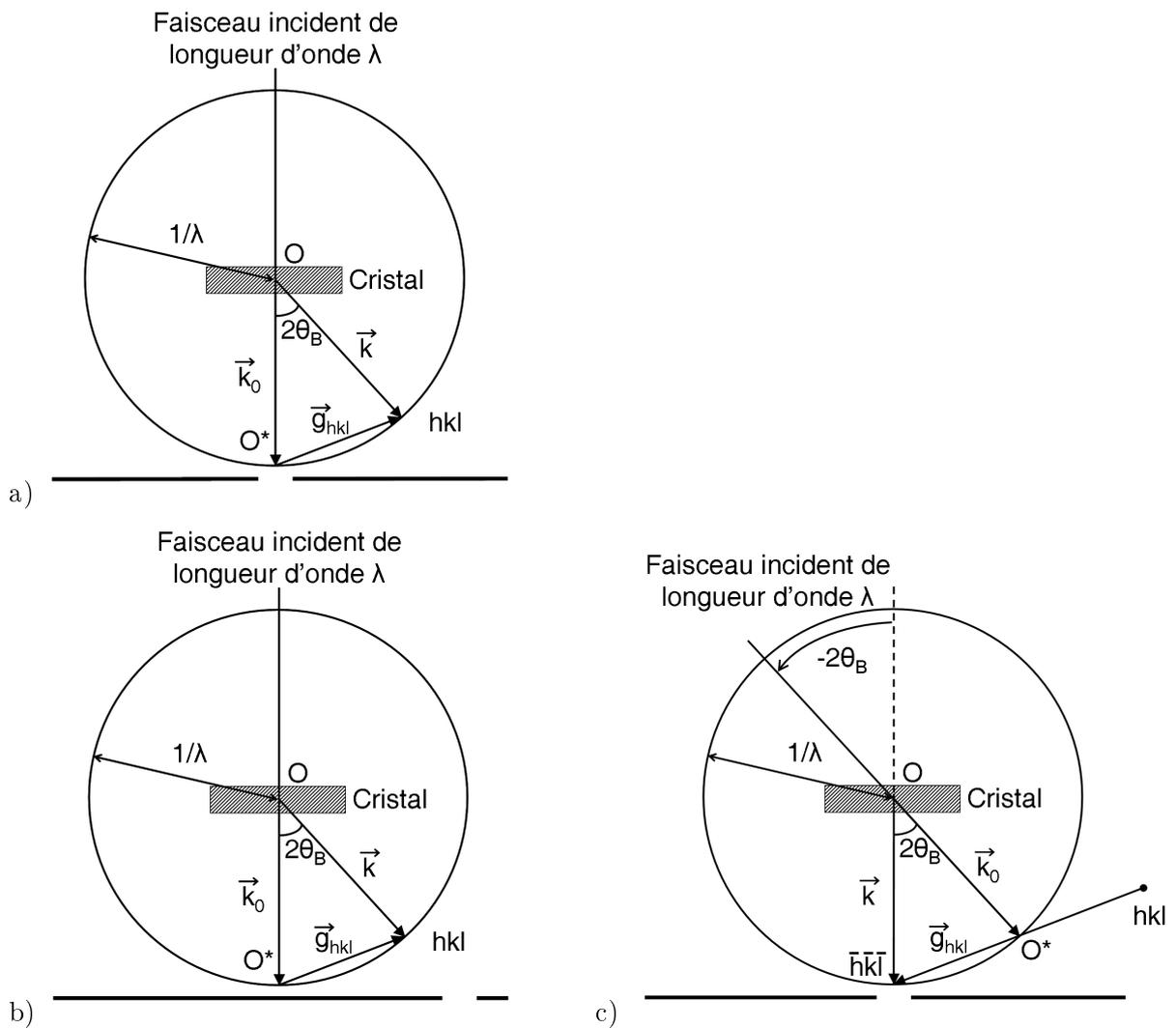


FIGURE 2.19 – Construction d'Ewald correspondant au : a) mode champ clair : le diaphragme de contraste est placé au centre du faisceau transmis. b) mode champ sombre : le diaphragme de contraste est placé au centre du faisceau diffracté. c) mode champ sombre corrigé : le faisceau incident est incliné d'un angle -2θ et le diaphragme de contraste est placé le long de l'axe optique afin de limiter les distortions d'image.

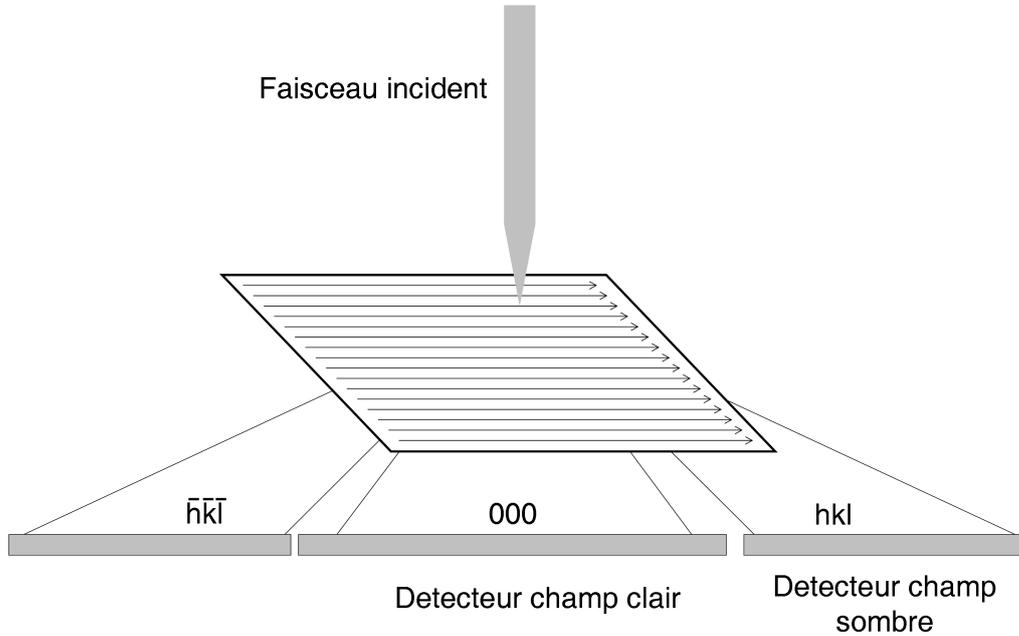


FIGURE 2.20 – Schéma illustrant le principe du mode balayage STEM. Une sonde convergente balaye l'échantillon. Les électrons sont collectés sur un détecteur circulaire. Au centre, on forme une image en champ clair et sur l'extérieur une image en champ sombre.

Le champ de déplacement d'une dislocation dans un milieu élastique isotrope a une composante principale suivant le vecteur de Burgers, noté \vec{b} , de la dislocation et le critère d'extinction s'écrit $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ pour la composante principale. Pour une dislocation vis, \vec{R} est parallèle à \vec{b} et l'extinction est totale. Pour une dislocation coin, il existe une composante perpendiculaire à \vec{b} et l'extinction est partielle. La technique consiste alors à imager les dislocations avec différents vecteurs de diffraction pour repérer les valeurs amenant à une extinction et identifier \vec{b} . Leur caractère vis ou coin est déduit de l'orientation relative de \vec{b} et de la ligne de dislocation.

2.4.2.4 Le mode d'imagerie STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) :

Dans ce mode, le faisceau incident est très fin et convergent sur l'échantillon (Fig. 2.20). Ce faisceau balaie la surface de l'échantillon grâce aux bobines déflectrices. Il s'agit d'une translation simple du faisceau incident. Le microscope travaille en mode diffraction et conjugue le plan focal image de l'objectif avec des détecteurs d'électrons. On enregistre alors soit les électrons transmis à l'aide d'un détecteur axial (champ clair), soit les électrons diffractés et diffusés à l'aide d'un détecteur annulaire (champ sombre). Les signaux enregistrés sont amplifiés puis ils servent à moduler l'intensité du faisceau électronique d'un écran vidéo dont le balayage est couplé avec le balayage sur l'échantillon du faisceau incident. Chaque point de l'image correspond à une position du faisceau. On obtient alors des images combinant des contrastes de diffraction, de numéro atomique et d'absorption.

2.4.3 L'analyse chimique par spectroscopie en énergie des rayons X (EDS)

2.4.3.1 Principe et mode d'acquisition de l'analyse X

Le détecteur de rayons X est placé au dessus de l'échantillon. Il permet de détecter les photons X émis par l'échantillon lors de son interaction avec le faisceau d'électrons incident. Lorsqu'un électron des couches profondes est éjecté, un électron des couches supérieures de l'atome descend sur le niveau d'énergie de l'électron éjecté créant ainsi une désexcitation radiative. Un photon X est alors émis afin de conserver le bilan énergétique global. Les niveaux d'énergie sont propres à chaque atome, c'est pourquoi, l'énergie du photon X réémis est caractéristique de l'atome excité. Le fait de travailler en transmission (donc sur des échantillons ultraminces) permet de n'avoir qu'un très petit volume excité, donc une information très locale. De plus nous travaillons systématiquement en mode STEM, en sonde convergente d'un diamètre d'environ 10 nm. Le volume excité est typiquement de $10^{-5} \mu\text{m}^3$, à comparer avec les quelques μm^3 des analyses sur échantillon massif en EDS par microscopie électronique à balayage ou par microsonde électronique.

Le détecteur compte le nombre de photons émis dans un angle solide orienté vers lui et mesure leur énergie. Le détecteur utilisé comprend une diode en cristal de silicium dopée au lithium. Quand un photon X pénètre dans cette diode semi-conductrice, il crée des paires électrons-trous en cédant de l'énergie pour la création de chacune d'elles. Le nombre de paires est alors proportionnel à l'énergie du photon incident selon la relation :

$$E_X = n \times E_C$$

avec E_X l'énergie du photon X incident, E_C l'énergie de formation d'une paire électron-trou. L'application d'une différence de potentiel aux bornes du semi conducteur induit alors un courant électrique d'intensité proportionnelle au nombre de paires électrons trous et à l'énergie du photon incident. Le signal est amplifié puis classé par un analyseur multicanal. Il comptabilise le nombre de photons détectés en fonction de leur énergie, ce qui permet d'obtenir un spectre d'intensité en dispersion d'énergie.

La quantification des spectres enregistrés est réalisée grâce au logiciel dédié "Noran-Vantage" v.1.4.1. Les étapes de quantification sont les suivantes :

- Identification des pics par les énergies références des différents constituants.
- Soustraction du fond continu par comparaison aux pics standards.
- Comparaison du spectre expérimental avec le spectre simulé par ajustement des intensités de manière à minimiser l'écart entre les deux, différence quantifiée par un test en χ^2 .

Pour déduire l'intensité du signal par élément (nombre de coups), il suffit alors d'ajouter les nombres de coups des différents canaux constituant la raie. La quantification est relative et non absolue. Elle ne nécessite pas l'utilisation d'un standard contrairement à la microsonde électronique.

La quantification s'effectue en déterminant des concentrations relatives C_a/C_b selon la relation suivante :

$$\frac{C_a}{C_b} = k_{abs} \times k_{a/b} \times \frac{I_a}{I_b} \quad (2.7)$$

où C_a et C_b sont les concentrations en pourcentage massique des éléments “a” et “b” et I_a et I_b sont les intensités détectées pour ces deux éléments.

Le facteur d’absorption k_{abs} est lui directement liés à la composition, à la densité, à l’épaisseur de l’échantillon ainsi qu’à la distance d’absorption (liée à l’angle entre le faisceau incident et la direction amenant au détecteur EDX (Cliff & Lorimer, 1975; Champness *et al.*, 1982; Van Cappellen, 1990; Williams & Carter, 1996)). Un élément léger sera plus absorbé qu’un élément lourd, le logiciel applique donc un facteur correctif pour chaque élément en fonction de ces paramètres. La densité de l’échantillon est généralement connue mais l’épaisseur est plus difficilement accessible. Pour les silicates, nous avons utilisé la méthode de correction de Van Cappellen & Doukhan (1994). L’épaisseur est déduite par itération successive jusqu’à obtenir l’électroneutralité sur la quantification.

$k_{a/b}$ est appelé facteur de sensibilité de l’élément A par rapport à l’élément B. L’élément de référence B est ici le silicium car il est présent dans tous les échantillons étudiés. C’est un facteur qui permet de corriger les différentiels de sensibilité de la chaîne de mesure ainsi que la différence d’émissivité de chaque élément. Les facteurs de chaque élément sont différents pour chaque microscope, ce qui est principalement dû aux différences de tension d’accélération, de section efficaces d’ionisation, d’émissivité et au détecteur lui même. Ils nécessitent donc d’être calibrés. Pour réaliser notre étude, nous avons calibré les éléments majeurs présents dans les matériaux extra-terrestres, soit l’oxygène, le magnésium, l’aluminium, le calcium, le fer par rapport au silicium et le soufre par rapport au fer sur les deux microscopes utilisés en appliquant la méthode de Van Cappellen (1990).

Cette détermination s’effectue avec des échantillons de composition connue et homogène. Dans notre cas nous avons utilisé des échantillons cristallins de quartz (SiO_2), d’anorthite ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$), de diopside ($\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$), de forsterite ($\text{Mg}_2[\text{SiO}_4]$), de fayalite ($\text{Fe}_2[\text{SiO}_4]$) de spinelle alumineux (MgAl_2O_4) ainsi que des sulfures de fer (Fe_7S_8). Les échantillons ont été préparés par amincissement ionique. Afin de limiter les erreurs, les compositions de ces étalons ont été mesurées à la microsonde électronique (Séverine Bellayer, UMET Lille).

La méthode de Van Cappellen (1990), “The parameterless correction method in X-ray microanalysis”, consiste à mesurer des rapports d’intensité I_X/I_{Si} pour des épaisseurs variables de l’échantillon, d’où l’intérêt de travailler sur des préparations par amincissement ionique présentant un biseau. Ces rapports sont ensuite tracés en fonction de l’intensité totale détectée, le nombre de coups détectés étant aussi fonction de l’épaisseur. La courbe extrapolée à intensité totale nulle donne alors une valeur de I_X/I_{Si} à épaisseur nulle donc à $k_{abs}=1$. Connaissant la composition de l’échantillon et en utilisant l’équation 2.7, on obtient :

$$k_{\frac{X}{Si}} = \frac{C_X/C_{Si}}{(I_X/I_{Si})_{ep=0}} \quad (2.8)$$

Ceci permet alors de déduire les k-facteurs nécessaires au cours de cette étude. Ils sont répertoriés

Microscope	O	Mg	Ca	Al	Fe	S
Tecnai G2-20	1,6	1,1	1,3	1,1	1,7	1,2
Philips CM 30	1,5	1,4	1,0	1,1	1,2	1

TABLE 2.1 – Facteurs de sensibilité déduit par la méthode Van Cappellen (1990) de la calibration pour les microscopes Tecnai G2-20 et Phillips CM30 (présentation des microscopes dans la section 2.4.4)

dans la table 2.1.

Correction systématique appliquée aux silicates cristallins : Les échantillons étudiés sont principalement constitués de silicates. Les compositions des silicates cristallins relevées dans cette étude présentent néanmoins fréquemment un pourcentage atomique de silicium et d’oxygène supérieur à ce qui est attendu, dû à l’aérogel de silice du collecteur d’échantillons. Pour corriger cela, un calcul s’appuyant sur un rétablissement des proportions, en enlevant une part de SiO_2 est effectué. Il repose sur l’examen de la cristallographie du silicate étudié, soit du rapport O/Si ou des autres répartitions cationiques sur les sites octaédriques et tétraédriques. Par exemple, le rapport O/Si vaut 3 pour un pyroxène, 4 pour une olivine et 2 pour la silice. Il est possible par identification, lors d’une quantification, d’évaluer la part d’aérogel “polluant” l’analyse et de la retrancher. Des éléments mineurs tel que l’aluminium peuvent toutefois se substituer au silicium. Comme mentionné précédemment, une correction basée sur l’électroneutralité a été effectuée quasi systématiquement sur les cristaux par la méthode de Van Cappellen & Doukhan (1994).

2.4.3.2 L’imagerie chimique, le spectre image, le profil de concentration

En faisant une série de points d’analyse en ligne, et en suivant la variation de l’intensité des raies et donc de la concentration des éléments présents, on peut tracer un profil de concentration des éléments. De manière analogue, on peut cartographier point par point une plage de l’échantillon, grâce au mode STEM (voir 2.4.2.4). On obtient alors une matrice de données en trois dimensions, avec selon X et Y les côtés du champ analysé, et selon Z les spectres EDX. Un traitement de ces données permet d’extraire :

- des cartes de répartition de n’importe quel élément présent permettant par exemple la localisation de différentes phases par association d’éléments au sein d’assemblages.
- des spectres cumulés sur n’importe quelle portion de l’image STEM, pour faire des calculs de concentrations.

Cette technique d’acquisition a été largement utilisée dans cette étude, sur le microscope Tecnai G2-20 (voir 2.4.4).

Typiquement les cartographies ont été réalisées sur des échantillons de taille comprise entre 5 et 20 μm^2 . Nous avons utilisé une sonde en STEM d’environ 10 nm de diamètre avec un niveau de détection d’environ 800 à 1000 coups par seconde et une durée d’acquisition de 800 à 1000 ms par point. En fonction du temps de machine disponible et de la résolution spatiale désirée, le temps d’acquisition était typiquement d’une quinzaine d’heure par cartographie. Une correction de dérive de la platine goniométrique est alors nécessaire. Pour ce faire, le logiciel d’acquisition

acquiert une image référence sur le cliché STEM au début de l'acquisition. Après plusieurs relevés de spectres dont le nombre est déterminé par l'utilisateur, le logiciel acquiert une nouvelle image et compare les transformées de Fourier des deux acquisitions. Il applique alors une correction si nécessaire, ainsi de suite jusqu'à la fin de l'acquisition.

2.4.4 Présentation technique des microscopes utilisés à Lille

Au cours de cette étude, nous avons utilisé deux microscopes électroniques en transmission faisant partie du "Centre Commun des Microscopies" de Lille. Il s'agit d'un Philips CM30 et d'un Tecnai G2-20. L'identification des phases et des défauts a essentiellement été réalisé sur le CM30 et le travail d'analyse chimique et cartographie, sur le Tecnai. Ils sont présentés dans cette partie. La table 2.2 rassemble leurs informations techniques.

2.4.4.1 Philips CM30

Ce microscope dispose d'un canon à électrons constitué d'une pointe en hexaborure de lanthane LaB_6 et de tension d'accélération de 300kV.

Il dispose d'un détecteur STEM de marque FEI, placé en dehors de l'axe optique. Il est associé à un module de visualisation en champ clair et champ sombre. Le spectromètre en dispersion d'énergie est un Thermo NORAN à diode au silicium dopé au lithium. Le logiciel d'acquisition et de traitement des spectres est le "Vantage" V.1.4.1.

Les acquisitions d'images sont réalisées sur films négatifs standards ou sur une caméra CCD de marque Gatan de taille $1k \times 1k$.

Pour les analyses microstructurales, ce microscope dispose d'un très petit diaphragme de sélection d'aire et d'un module de précession "Nanomegas", modèle "Spiningstar P012".

2.4.4.2 Tecnai G2-20

Ce microscope est lui aussi équipé d'un filament LaB_6 . La tension d'accélération est de 200kV. Il dispose d'un détecteur STEM de marque Gatan, placé dans l'axe optique. Il permet d'effectuer de l'imagerie en champ clair et sombre. Le spectromètre en dispersion d'énergie est un EDAX lui aussi à diode au silicium dopé au lithium. Le logiciel d'acquisition et de traitement des spectres est celui fourni par FEI, "TIA Es Vision" V.3.1. Néanmoins, une procédure de traitement des fichiers a été développée durant cette thèse afin de traiter les spectres sur le logiciel "Vantage" donnant de meilleurs résultats d'un point de vue correction du fond continu et déconvolution.

Un filtre en énergie Gatan GIF2001 supprimant la contribution des électrons diffusés inélastiquement permet de réaliser des images ainsi que des diffractions en énergie filtré de meilleur contraste. Il permet aussi de faire de l'imagerie EFTEM, sur le seuil d'énergie d'un élément choisi, et de la spectroscopie en perte d'énergie (EELS).

L'acquisition, peut se faire sur des films négatifs ou sur une caméra Gatan de type Orius de taille $2.4k \times 3.6k$. Les acquisitions filtrées se font sur une caméra $1k \times 1k$ située à l'extrémité du GIF.

2.4 La Microscopie Electronique en Transmission

Microscope	Philips CM30	Tecnai G2-20
Filament	LaB ₆	LaB ₆
Tension d'accélération	300kV	200kV
Decteurur STEM	Philips off-axis	Gatan on-axis
Decteurur EDX	Thermo Noran à diode silicium dopée au lithium	EDAX à diode silicium dopée au lithium
Logiciel de traitement des spectres EDX	Vantage V1.4.1	TIA As Vision V3.31 + Vantage V1.4.1
Dispositifs d'acquisition d'images	Films négatifs + caméra CCD Gatan 1k x 1k	Films négatifs + caméra CCD 2.4k x 3.6 k + caméra CCD 1k x 1k
Precession électronique	Nanomegas Spiningstar P012	Nanomegas Digistar P1000
Filtre en energie	—	Gatan GIF2001

TABLE 2.2 – Caractéristiques techniques principales des microscopes utilisés.

Chapitre 3

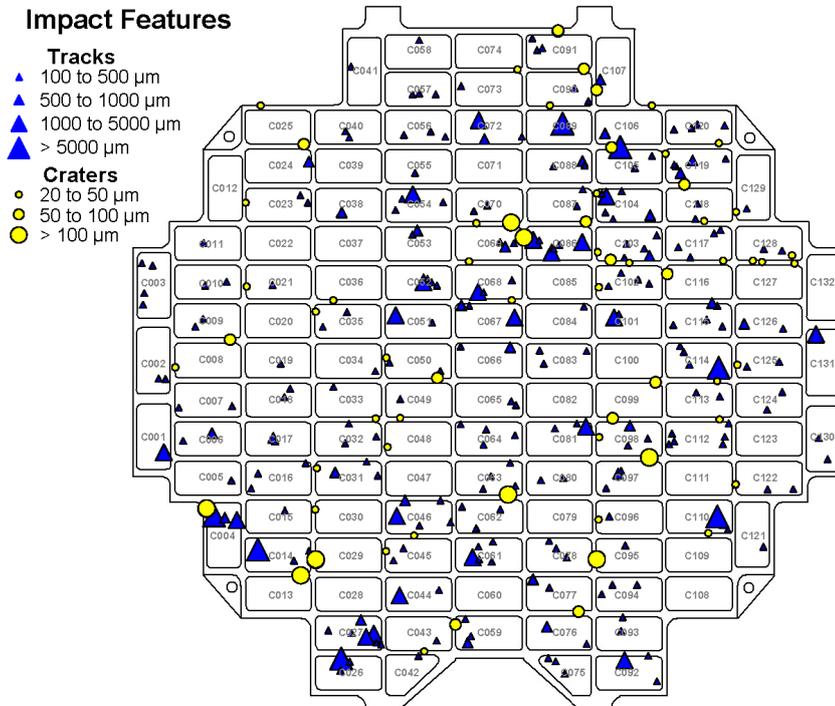
Résultats

Sommaire

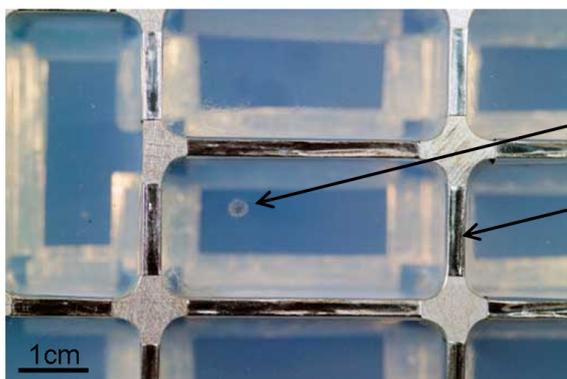
3.1 Les Particules Terminales	72
3.1.1 Présentation des échantillons	72
3.1.2 L'échantillon C2027-2-69-1	72
3.1.3 Les échantillons C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2	80
3.2 Les échantillons extraits des murs de la trace n°80	85
3.2.1 Présentation des échantillons	85
3.2.2 Microstructure	86
3.2.3 Composition chimique	92
3.3 Les grains du bloc d'aérogel comprimé	105
3.3.1 Présentation de l'échantillon et description générale	105
3.3.2 Les grains modifiés par la collecte	108
3.3.3 Les grains cristallins	114
3.3.4 Relations entre grains cristallins et vitreux	129
3.4 Les tirs expérimentaux	132
3.4.1 Olivine	133
3.4.2 Pyroxène	140

La collecte de la mission Stardust représente un très grand nombre d'impacts, aussi bien dans les blocs d'aérogel que sur les armatures recouvertes des feuilles d'aluminium (Fig.3.1). Plus de 10 000 particules ont été récoltées : environ 10 grains de 100 μm de diamètre, 100 de 20 μm , 300 de 10 μm , 1000 de 5 μm , et probablement des dizaines ou centaines de milliers de l'ordre du micromètre, ou moins (Hörz *et al.*, 2006). Ce sont les particules collectées sur les feuilles d'aluminium, ayant formé des cratères, (Fig.3.2) qui permettent d'estimer leurs tailles, le diamètre des cratères y étant directement lié (Kearsley *et al.*, 2006, 2007). La masse totale collectée représente quelques dizaines de microgrammes de Wild2.

Les traces de décélération laissées par les particules lors de leur capture dans l'aérogel présentent différentes morphologies. Elles sont classées en trois groupes principaux, type A, B et C. Les types A sont des traces très fines et courtes, les types B présentent une cavité en forme de bulbe suivie



a)



Impact d'un grain cométaire dans une cellule d'aérogel

Feuille d'aluminium disposée sur les armatures du collecteur

b)

FIGURE 3.1 – a) Représentation schématique des impacts dans l'aérogel et sur les feuilles d'aluminium. b) Photo d'une cellule d'aérogel toujours implantée sur le collecteur. On y distingue clairement l'impact d'une particule (Crédit NASA).

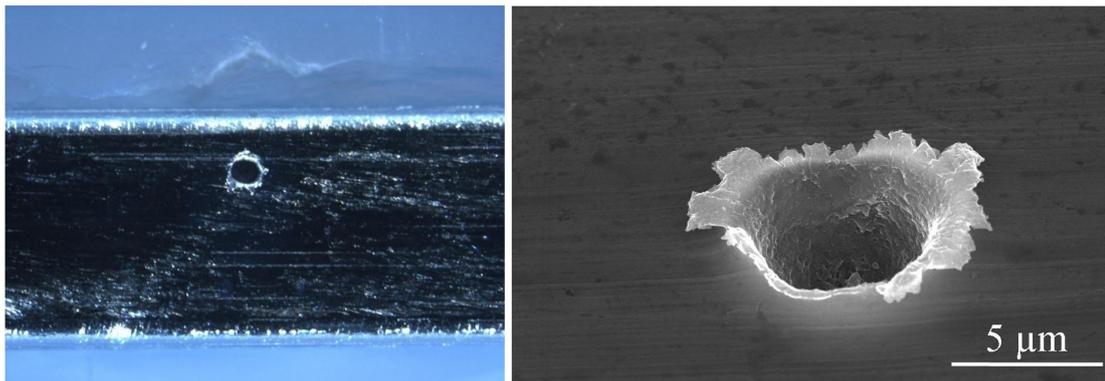


FIGURE 3.2 – A gauche, photo en microscopie optique d’un cratère laissé par une particule dans une feuille d’Aluminium (Crédit NASA). A droite, image par microscopie électronique à balayage d’un cratère. La particule incidente faisait environ $1\ \mu\text{m}$ de diamètre. (Crédit H. Leroux UMET Lille)

d’une ou plusieurs traces rectilignes et fines et enfin les types C présentent une morphologie de bulbe mais cette fois sans traces émergentes (Fig.3.3). Ceci suggère que les particules incidentes ont des structures différentes. Les particules très denses forment des traces de type A. Au contraire des particules poreuses ou très peu cohésives, présumées formées de petits grains, forment des traces de type C (Hörz *et al.*, 2006). Au bout des traces de type A et B se trouvent les particules dites terminales. Burchell & Kearsley (2009) ont réalisé une étude basée sur 186 traces de longueur supérieure à $50\ \mu\text{m}$. Ils en ont déduit que 65% des traces étaient de type A, 33% de type B et seulement 2% de type C. Néanmoins 100% des traces très courtes sont de type A et 100% des longues, sont de types B. Des expériences en laboratoire ont montré que deux types de projectiles pouvaient former des types B. La première possibilité est un assemblage faiblement cohésif (Hörz *et al.*, 1998), la seconde correspond à une particule riche en éléments volatils qui se seraient vaporisés durant la capture (Burchell *et al.*, 2008). Toutefois, une récente étude par modélisation numérique de Trigo-Rodríguez *et al.* (2008) ne semble pas privilégier la seconde possibilité.

Des études de fluorescence X, réalisées par synchrotron sur des traces entières montrent que le matériau cométaire s’est déposé tout au long des traces (Ishii *et al.*, 2008b; Lanzirotti *et al.*, 2008). Sur la trace présentée en figure 3.4, la particule terminale (trace de type B) ne représente pas plus de 10% massique du fer total contenu dans la trace (Ishii *et al.*, 2008b). La majeure partie des particules de Wild2 semblent correspondre à des assemblages de grains de tailles variables principalement déposés dans les bulbes après leur désagrégation et dispersion à l’entrée dans l’aérogel.

Le grand nombre d’impacts et de fragments qui se sont déposés dans les traces nécessite une nomenclature pour les nommés. En voici les règles. Prenons l’exemple de “C2027-2-69-1-1” : «C2027» correspond à la cellule d’aérogel extraite du panneau de capture, le «2» correspond à une région de la cellule d’où a été extrait l’échantillon, le «69» correspond au numéro de la trace, c’est-à-dire à l’impact concerné dans cette région de cellule. L’indice qui suit est le numéro du grain. Comme il l’a été présenté dans le chapitre précédent, les échantillons observés dans cette étude sont préparés pour la microscopie électronique en transmission. Pour cela les particules cométaires ont

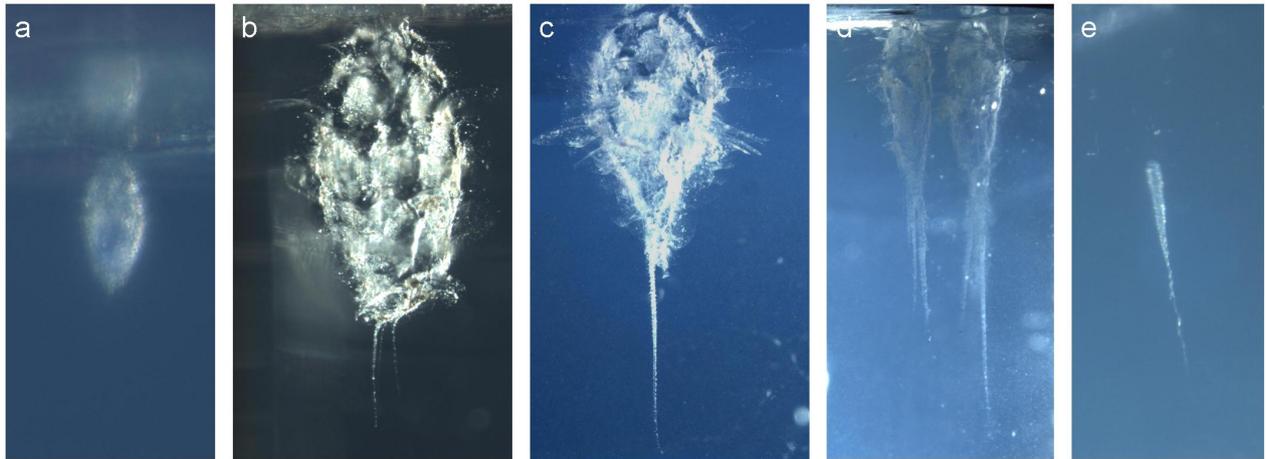


FIGURE 3.3 – Photos de différentes traces de décélération des échantillons de Stardust. (a) trace 6 dans la cellule C2052 de longueur 272 μm de type C ; (b) trace 80 dans la cellule C2092 de longueur 4800 μm type B ; (c) trace 35 dans la cellule C2027 de longueur 1170 μm de type B ; (d) à gauche trace 32 et à droite trace 69 dans la cellule C2027 d'une longueur d'environ 1cm, tous deux de type B ; (e) trace 7 dans la cellule C2038 T7 de longueur 1254 μm de type A. (Crédit NASA)

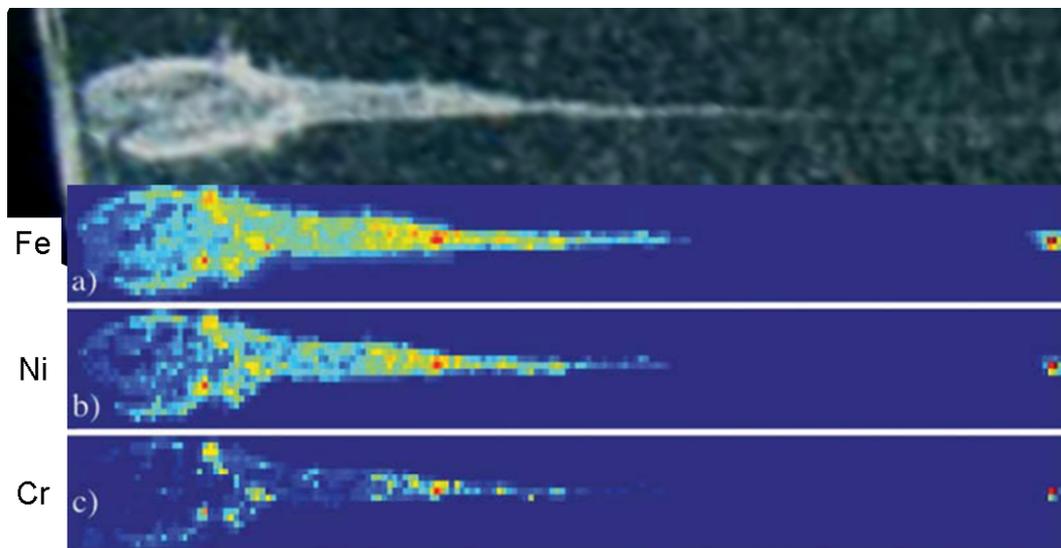


FIGURE 3.4 – Carte de répartition des éléments fer, nickel et chrome de la trace de décélération n°10 de type B. La représentation est effectuée en échelle de température représentant l'intensité de fluorescence en échelle logarithmique. Dans ce cas, la particule terminale est composée de 10% massique du fer de la trace. Le matériau cométaire est déposé le long de la trace révélant une particule initiale faite d'un assemblage de grains qui se sont dispersés durant la collecte. (Figure d'après Ishii *et al.* (2008b))

été coupées en tranche. Un nombre variable de tranches est déposé sur les grilles de microscopie. Le numéro de la grille constitue le dernier chiffre. Il ne sera plus précisé au cours de l'étude. Ensuite sur chaque grille, chaque tranche est numérotée mais ceci ne sera pas référencé ici. Nos allocations contenaient pour chaque particule plusieurs tranches successives plus ou moins bien préservées. Les résultats présentés sont une association des observations de chaque tranche pour chaque échantillon.

Neuf échantillons Stardust aux caractéristiques différentes ont été étudiés durant ce travail. Ils se divisent en trois groupes qui constitueront les différentes parties de ce chapitre :

- Le premier groupe concerne trois particules terminales provenant de deux traces de décélération différentes, voisines. Elles ont des tailles relativement importantes, 5 μm de diamètre en moyenne et malgré l'interaction avec l'aérogel lors de la collecte, le cœur de ces échantillons est bien préservé. Ces particules sont nommées C2027-2-69-1-1, C2027-2-69-2-2 et C2027-3-32-2-3. Ces deux traces de décélération (69 et 32) sont très proches suggérant ainsi une probable relation entre les particules incidentes.
- Le deuxième groupe correspond à des échantillons extraits du bulbe d'une trace de décélération (trace n°80). Ils sont au nombre de quatre prélevés à des profondeurs de pénétration différentes. Ces échantillons sont nommés C2092-2-80-47-2, C2092-2-80-48-1, C2092-2-80-49-5 et C2092-2-80-50-1. Nous verrons qu'ils montrent d'importantes modifications microstructurales associées aux effets thermiques de la collecte. Leur étude nous permettra d'obtenir de précieuses informations quant aux processus physico-chimiques ayant eu lieu durant ce bref épisode de capture.
- Le troisième groupe correspond à une paroi de mur d'aérogel compressé de la trace précédente (trace n°80). Cette méthode de préparation permet d'obtenir des échantillons avec un nombre de grains cométaires très important. Nous en avons étudié plus de 500 incluant des grains modifiés par la collecte et d'autres parfaitement préservés. Deux préparations sont étudiées : C2092-3-80-53-0 et C2092-3-80-65-0. Le chiffre "0" indique qu'il ne s'agit pas d'un grain en particulier.

Nous présenterons en dernière partie de ce chapitre les résultats de tirs expérimentaux effectués avec des particules d'olivine et d'enstatite dans de l'aérogel.

Les particules sont systématiquement observées en imagerie afin de déterminer le type de microstructure, cristalline ou amorphe. L'approche est différente dans chacun des deux cas. Pour les échantillons cristallins, nous procédons dans un premier temps à une analyse chimique par EDX en réalisant quelques relevés locaux afin de déterminer les phases minéralogiques présentes. Dans un deuxième temps nous réalisons une étude microstructurale en utilisant l'imagerie (champ clair, champ sombre) et la diffraction électronique. Après ce travail, une carte de répartition élémentaire est réalisée pour localiser d'éventuelles phases mineures. Cette étape est effectuée en fin de chaîne d'analyse car elle est la plus destructrice. Pour les échantillons amorphes, après l'étude en imagerie, la composition est mesurée et pour certains d'entre eux, une carte de répartition élémentaire est réalisée. Selon les cas, des cartes plus ou moins locales ainsi que des relevés locaux peuvent compléter cette acquisition.

3.1 Les Particules Terminales

3.1.1 Présentation des échantillons

Nous avons étudié trois particules terminales provenant de deux traces de décélération voisines. Il s'agit des échantillons C2027-2-69-1, C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2. La figure 3.5 montre la position des particules au sein des traces, et la localisation des cellules sur le collecteur. Une particule provient de la trace 32 et deux de la trace 69.

Les particules terminales montrent le même assemblage fait de trois zones différentes (Fig. 3.6) :

- Le centre est constitué d'un cœur présentant de nombreux fragments de grains cristallins enchevêtrés. Cette fragmentation est due à la coupe par ultramicrotomie (Zolensky *et al.*, 2008a).
- Une couronne périphérique constituée d'un amorphe dense et d'épaisseur variable en fonction des échantillons. D'un point de vue composition, cette couronne présente une forte concentration de silice. Elle contient des billes métalliques d'un diamètre moyen d'une vingtaine de nanomètres. Ces billes sont composées de fer, nickel et soufre. Les compositions sont très variables d'un échantillon à l'autre. Cette microstructure est le résultat d'interactions à haute température avec l'aérogel. Une description approfondie est effectuée dans la section 3.2.
- Autour de cette couronne amorphe se trouve une couronne d'aérogel compressé.

3.1.2 L'échantillon C2027-2-69-1

3.1.2.1 Minéralogie

Cet échantillon est majoritairement constitué de pigeonite de formule structurale $(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+}, \text{Ca})(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})\text{Si}_2\text{O}_6$, de système cristallographique monoclinique, de groupe d'espace $\text{P}2_1/c$ et de paramètres de maille observés compatibles avec les valeurs $a=9,70\text{\AA}$, $b=8,95\text{\AA}$, $c=5,24\text{\AA}$ et $\beta=108,59^\circ$.

La composition de la pigeonite est comprise dans l'intervalle $\text{En}_{72-78} \text{Wo}_{2-6} \text{Fs}_{17-24}$ ¹. Quelques olivines de composition Fo_{76-83} sont présentes sous forme d'inclusions dans la pigeonite avec un diamètre typique de 200 nm (Fig. 3.7). Leur composition est comprise dans l'intervalle Fo_{76-83} . Le rapport $\text{Mg}/(\text{Mg}+\text{Fe})$ est proche de celui de la pigeonite suggérant un équilibre entre ces deux phases. Un grain de diopside, pyroxène riche en calcium de composition $\text{En}_{45}\text{Wo}_{39}\text{Fs}_{16}$ a pu être identifié. La couronne amorphe d'épaisseur comprise entre 0 et 1 μm est riche en SiO_2 . Le magnésium, le fer et le soufre sont les éléments secondaires de cette couronne, les autres éléments sont à peine détectables. Les compositions typiques de la couronne amorphe, des cristaux de pigeonite, du diopside et de l'olivine sont présentées dans la table 3.1.

3.1.2.2 Microstructure

Maclage dans la pigeonite : La pigeonite présente une microstructure de lamelles parallèles aux plans (100) (Fig. 3.8). L'épaisseur des lamelles est comprise entre 5 et 50 nm (Fig. 3.8b).

1. En : enstatite $\text{Mg}_2\text{Si}_2\text{O}_6$; Wo : wollastonite $\text{Ca}_2\text{Si}_2\text{O}_6$; Fs : ferrosilite $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{O}_6$

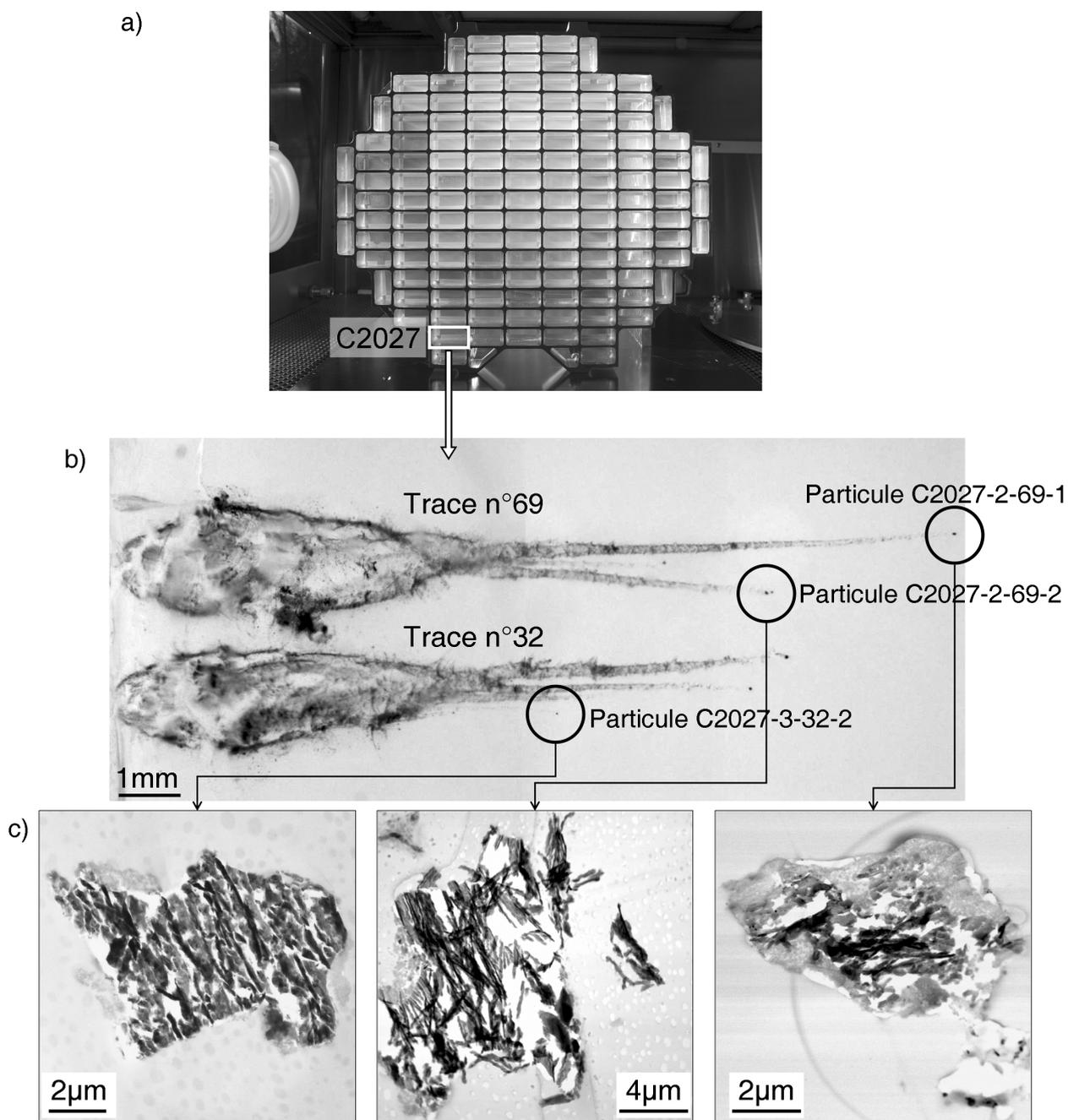


FIGURE 3.5 – (a, b) Localisation de la cellule 2027 contenant les tracks 32 et 69, ainsi que des particules terminales caractérisées dans cette étude : C2027-2-69-1, C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2 (Crédit NASA). (c) Vue d'ensemble en microscopie électronique en transmission des trois particules après préparation par ultramicrotomie.

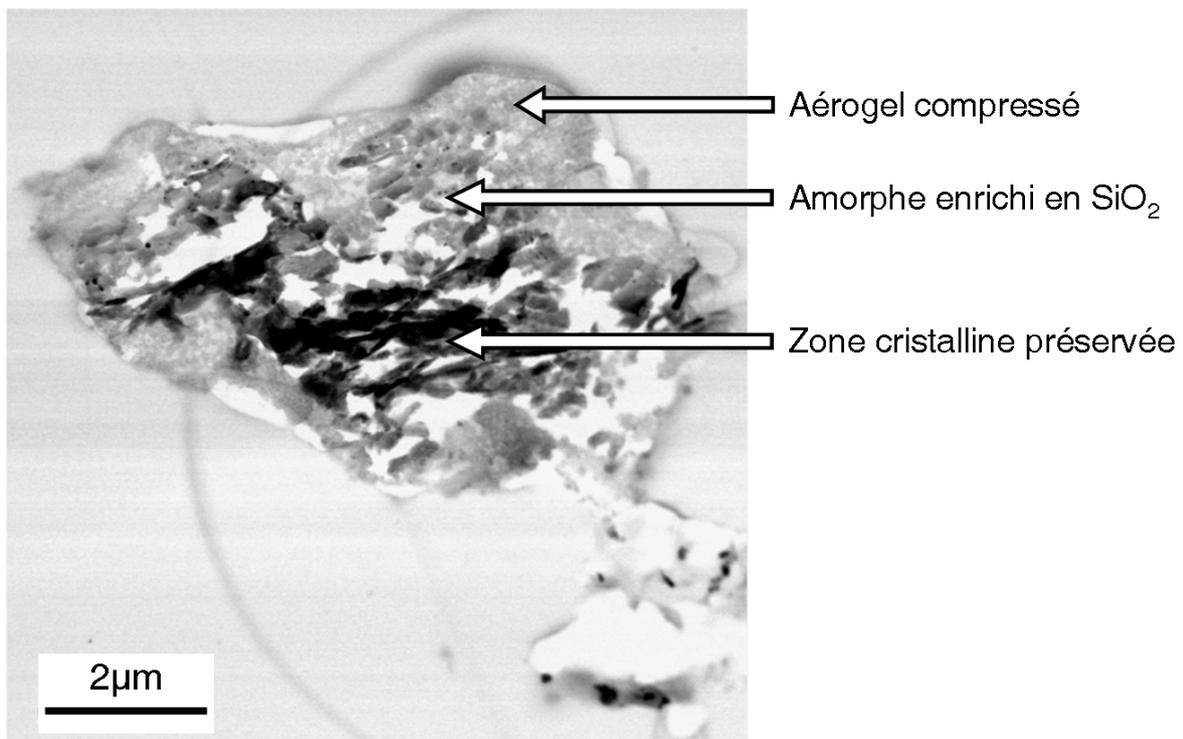


FIGURE 3.6 – Image en champ clair d’une particule terminale (C2027-2-69-1) illustrant la présence de trois zones visibles pour la majorité des particules terminales. Au centre, le cœur cristallin est bien préservé, autour se trouve une première couronne fait d’une matrice de silice amorphe dense comprenant des billes métalliques Fe-Ni-S elle même entourée d’une couronne d’aérogel comprimé. L’épaisseur des couronnes est variable d’un échantillon à l’autre.

O	Si	Mg	Fe	Ni	S	Al	Ca	Cr	Mn
Couronne enrichie en SiO ₂									
62,3	27,1	6,0	1,4	0,1	1,5	0,8	0,3	0,1	0,3
63,3	28,4	4,5	1,8	0,1	1,0	0,5	0,3	0,1	0,1
62,2	26,9	5,4	2,8	0,1	1,3	0,5	0,4	0,2	0,1
Pigeonite									
60,1	19,6	13,8	4,2	n.d.	n.d.	0,9	0,7	0,6	0,2
60,0	19,7	14,2	4,0	n.d.	n.d.	0,7	0,9	0,3	0,2
60,1	19,6	14,2	4,2	n.d.	n.d.	0,8	0,8	0,1	0,2
60,2	19,5	14,4	3,6	n.d.	n.d.	1,0	0,4	0,6	0,2
60,2	19,6	13,8	3,9	n.d.	n.d.	0,8	0,8	0,6	0,3
Pyroxène riche en calcium									
60,1	19,4	8,6	3,0	n.d.	n.d.	1,2	7,2	0,3	0,3
Olivine									
55,7	13,9	23,0	7,0	n.d.	0,1	n.d.	n.d.	0,1	0,2
56,8	12,7	23,8	6,1	n.d.	0,2	n.d.	n.d.	n.d.	0,4
57,2	14,3	22,6	5,6	n.d.	n.d.	0,1	0,0	0,0	0,1
57,2	14,3	23,3	3,7	n.d.	0,0	0,4	0,0	0,0	0,3

TABLE 3.1 – Composition typique en pourcentage atomique de l'échantillon C2027-2-69-1. Les compositions de la couronne enrichie en silice sont données pour des fenêtres d'analyse de 300×300 nm. Ces compositions sont très variables d'une zone à l'autre. Les compositions relevées pour les pyroxènes et olivines montrent un excès de silice, probablement dû à l'apport de l'aérogel lors de la coupe. La procédure de correction présentée dans le chapitre précédent a été appliquée. (n.d. : non détecté)

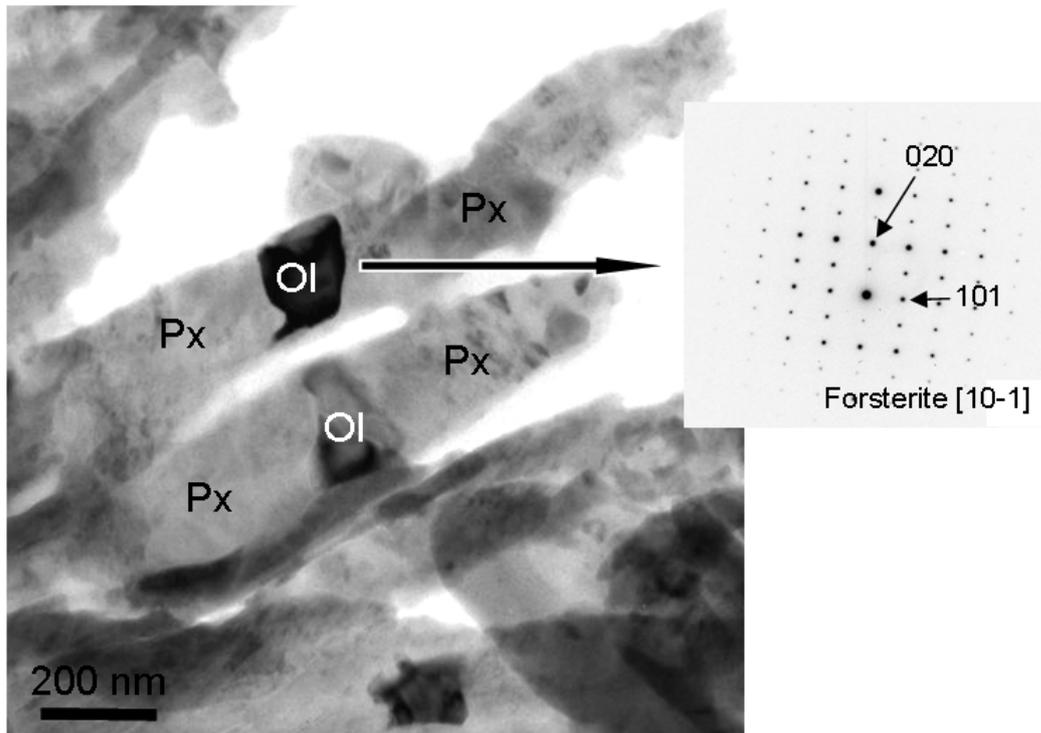


FIGURE 3.7 – Inclusions d’olivine magnésienne dans la pigeonite. La pigeonite est la phase majeure de la particule C2027-2-69-1.

Les clichés de diffraction obtenus sur une aire couvrant un grand nombre de lamelles orientées parallèlement au faisceau d’électrons révèlent la superposition de deux variants maclés de pigeonite liés par un miroir plan (100) (Fig. 3.8c). Une macle est formée par la juxtaposition de deux parties homogènes d’une même espèce cristalline orientées l’une par rapport à l’autre par une loi de symétrie qui n’appartient pas à la structure. L’alternance de domaines définit une macle dite “polysynthétique”.

Sur l’ensemble des échantillons, les lamelles (100) des différents fragments sont approximativement alignées selon une direction commune. Ceci suggère que cette particule était, avant la coupe microtome, constituée d’un grain monocristallin entièrement fauté (Fig. 3.8a).

Inclusions de chromite : Quelques inclusions cristallines sont observées dans la pigeonite (Fig. 3.9). Elles ont une taille comprise entre 20 et 30 nm. Cette taille ne permet pas d’effectuer des relevés de composition chimique d’une inclusion isolément. Néanmoins, nous avons pu relever des enrichissements en fer et en chrome (voir table de composition 3.2). Le résultat de la soustraction de la composition des grains de la matrice de pigeonite suggère que ces inclusions sont de la chromite FeCr_2O_4 . Les inclusions sont allongées le long des plans (100). Des images haute résolution ont été réalisées sur le microscope SACTEM (Sphérique Abérations Corrected TEM) du CEMES à Toulouse dans le cadre d’une demande d’expérience METSA (réseau français de microscopie électronique et de sonde atomique). Elles révèlent clairement une relation d’orientation commune entre ces deux phases (Fig. 3.9c). Cette relation s’effectue entre la famille de plans $\{111\}$ du

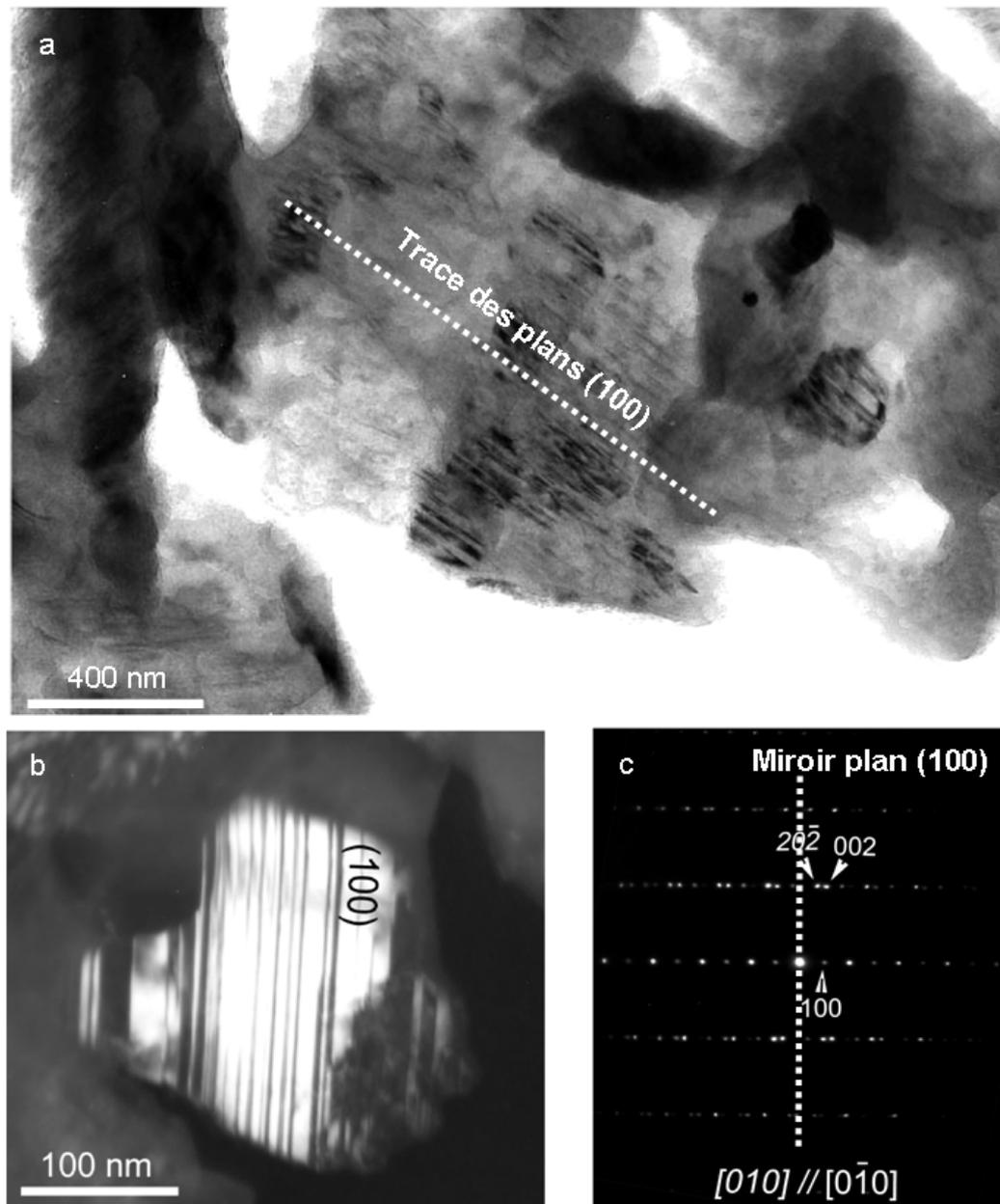


FIGURE 3.8 – (a) Vue générale d'un fragment montrant une structure lamellaire associée à du maillage selon les plans (100). (b) Image en champ sombre d'un grain de pigeonite orienté de sorte à observer les lamelles dues au maillage. (c) Diffraction électronique associée au cliché présenté en b. Ce cliché correspond à la superposition des axes de zone $[010]$ et $[0\bar{1}0]$ mis en miroir par le plan (100).

O	Si	Mg	Fe	Ca	Al	Cr	Mn	P
Composition moyenne de la pigeonite contenant les précipités								
59,75	19,77	13,84	3,96	0,83	0,75	0,57	0,27	0,25
Sur un précipité								
59,66	7,98	0,87	9,97	0,55	4,84	15,62	0,46	0,04

TABLE 3.2 – Composition moyenne en pourcentage atomique de la pigeonite contenant les inclusions de chromite et composition d’une de ces inclusions. Leur taille ne permet pas d’obtenir la composition de l’inclusion seule. Néanmoins, la composition est compatible avec FeCr_2O_4 .

précipité, de structure spinelle, avec les plans (100) du cristal hôte. La distance interréticulaire mesuré pour la famille {111} est de l’ordre de 0,48 nm, ce qui est compatible avec le paramètre de maille de la chromite de structure cubique : $a = 0,830\text{-}0,838$ nm. Ces grains de chromite sont le résultat d’un processus de précipitation, avec des relations d’orientation cristallographiques et une morphologie de cristaux allongés le long des plans (100).

Dislocations : L’énergie d’une dislocation est proportionnelle au paramètre de maille de la direction de son vecteur de Burgers ($W \propto \mu b^2$). Les systèmes de glissement les plus facilement activés correspondent aux plus petits vecteurs de Burgers possibles c’est à dire aux translations de réseau les plus petites, contenues dans les plans de glissement denses identifiés pour la structure (règle de Chalmers-Martius). Pour le cas de la pigeonite, il s’agit des vecteurs [001] et $1/2\langle 110 \rangle$ ($a=4,76\text{\AA}$, $b=10,21\text{\AA}$, $c=5,98\text{\AA}$).

Une faible densité de dislocations (<10 dislocations par μm^2) est observée dans la pigeonite (Fig. 3.10a). Elles sont en contraste avec le vecteur de diffraction $\vec{g} = 002$ et sont éteintes avec le vecteur $\vec{g} = 310$. Ceci suggère par élimination un vecteur de Burgers \vec{c} . En projection, la ligne de dislocation est parallèle à la direction [001] ce qui est compatible avec une dislocation de caractère vis.

Des dislocations en faible densité ont été observées dans l’olivine (Fig. 3.10b). Les vecteurs de Burgers possibles pour la structure sont [100] et [001] ($a=9,7\text{\AA}$, $b=8,95\text{\AA}$, $c=5,24\text{\AA}$) (Poirier, 1975). Expérimentalement elles sont en contraste avec le vecteur de diffraction $\vec{g} = 002$ et sont éteintes avec le vecteur $\vec{g} = 310$. Ceci suggère alors un vecteur de Burgers \vec{c} . En projection, la ligne de dislocation est parallèle à la direction [001] ce qui est compatible avec une dislocation de caractère vis.

Zones déstructurées : De nombreuses régions de l’échantillon présentent une microstructure très endommagée en comparaison des autres grains du cœur de l’échantillon (Fig. 3.11a). Le cliché de diffraction (Fig. 3.11b) montre une rotation (quelques degrés) des taches associée à la désorientation entre domaines diffractants. Cependant, l’orientation principale est commune avec les grains de pigeonite maclés non déstructurés. Les lamelles des domaines maclés sont observables et la composition entre ces différentes zones est identique à celle des zones non abîmées. Ceci témoigne de l’origine commune de ces grains. Ces zones déstructurées sont dues à un effet de coupe lors de la préparation par ultramicrotomie comme nous le montrerons lors de l’étude des

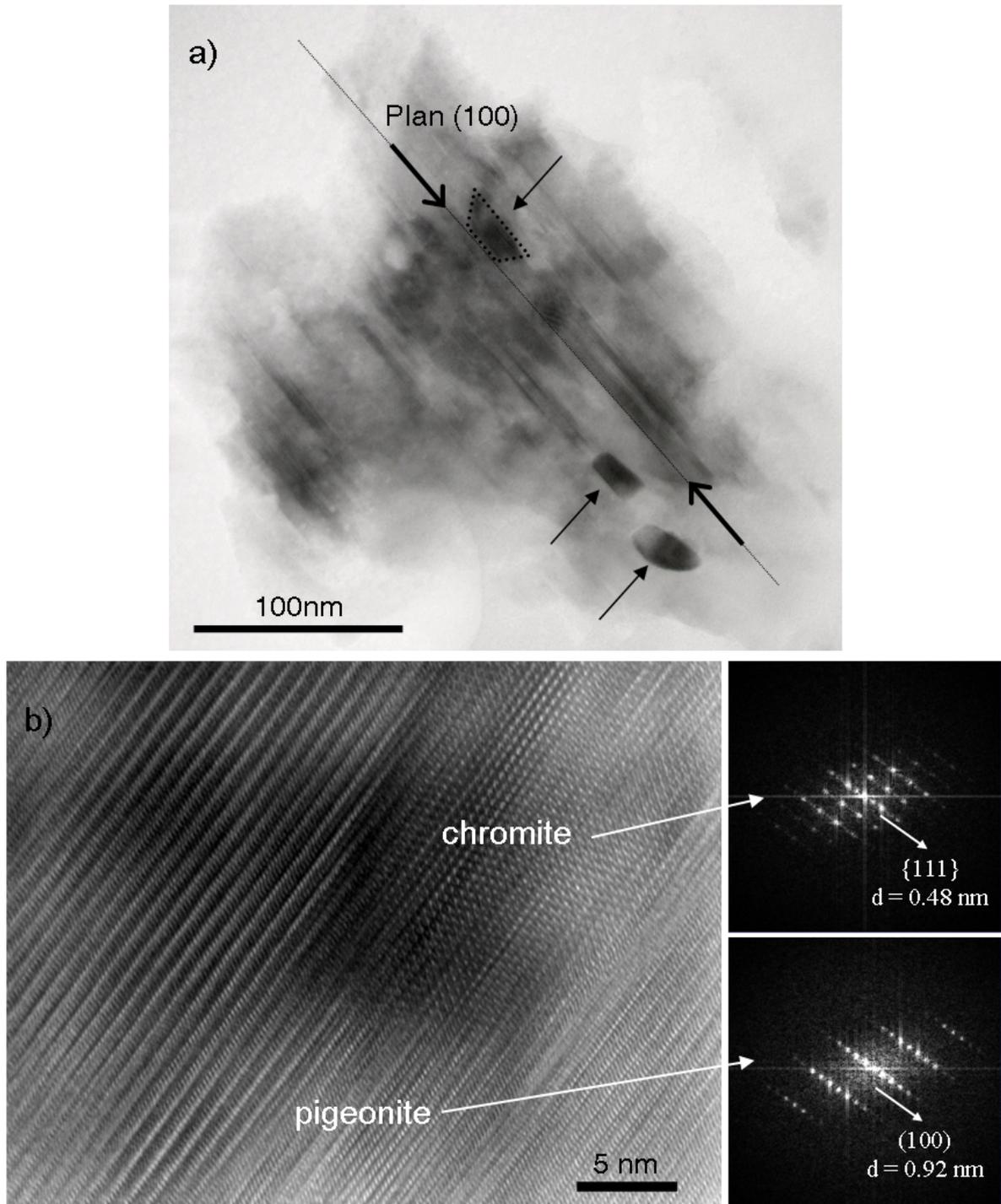


FIGURE 3.9 – (a) Inclusions de chromite dans un grain de pigeonite maclée. (b) Image haute résolution d’une inclusion de chromite. Les transformées de Fourier des deux phases en haute résolution nous révèlent les diffractions de pigeonite et de chromite (axe de zone [110]). Ces deux phases sont en relation d’orientation.

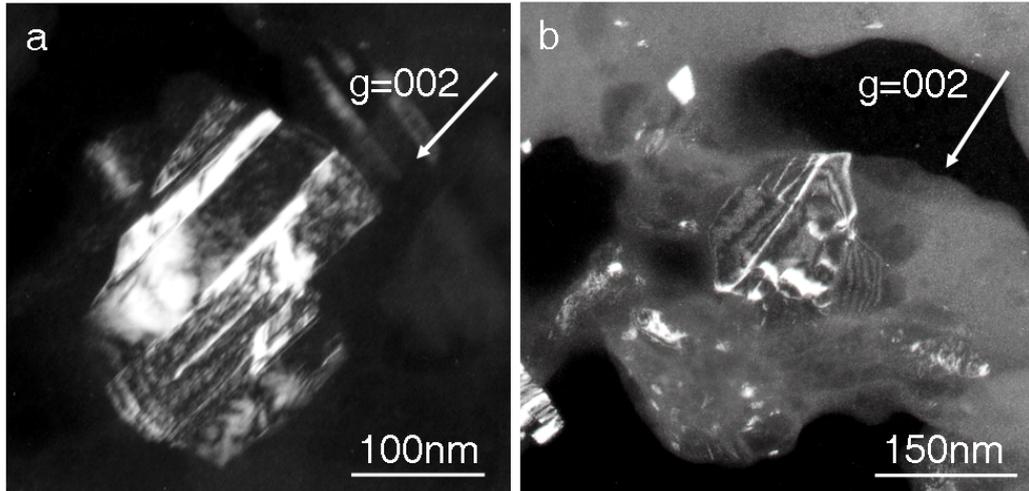


FIGURE 3.10 – Images en champ sombre de dislocations (a) dans un grain de pigeonite et (b) dans un grain d’olivine.

O	Si	Mg	Fe	Ni	S	Al	Ca	Cr	Mn
Enstatite (échantillon 2 trace 69)									
60,0	20,1	17,8	0,7	n.d.	0,0	0,5	0,5	0,3	0,1
60,2	19,9	18,2	0,3	n.d.	0,2	0,2	0,7	0,3	0,2
59,9	19,8	19,1	0,3	n.d.	0,0	0,4	0,3	0,1	0,1
Enstatite (échantillon 2 trace 32)									
60,0	19,7	18,6	0,9	0,0	0,0	0,1	0,4	0,2	0,1
59,9	19,7	18,2	0,9	0,0	0,0	0,3	0,5	0,4	0,1
60,0	19,5	19,0	0,7	0,0	0,0	0,2	0,4	0,2	0,0
Pyroxène riche en calcium (échantillon 2 trace 69)									
60,0	18,8	13,6	0,6	n.d.	n.d.	1,4	4,9	0,5	0,2

TABLE 3.3 – Composition typique des échantillons 2 des traces 69 et 32 en pourcentage atomique. Les compositions relevées ont systématiquement montré un excès de silice. Une procédure de correction présentée dans le chapitre précédent a été appliquée. (n.d. : non défini)

échantillons issus de tirs expérimentaux (section 3.4).

3.1.3 Les échantillons C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2

3.1.3.1 Composition

Ces échantillons sont principalement constitués d’orthopyroxène riche en magnésium (enstatite). Les compositions des grains constituant la particule 2 de la trace 69 sont comprises dans l’intervalle $En_{94-97}Wo_{1-4}Fs_{1-5}$. On y recense quelques cristaux de diopside de composition $En_{76}Wo_{21}Fs_3$. Pour la trace 32, la composition est $En_{91-95}Wo_{2-4}Fs_{3-6}$. La table 3.3 présente quelques compositions typiques de ces grains.

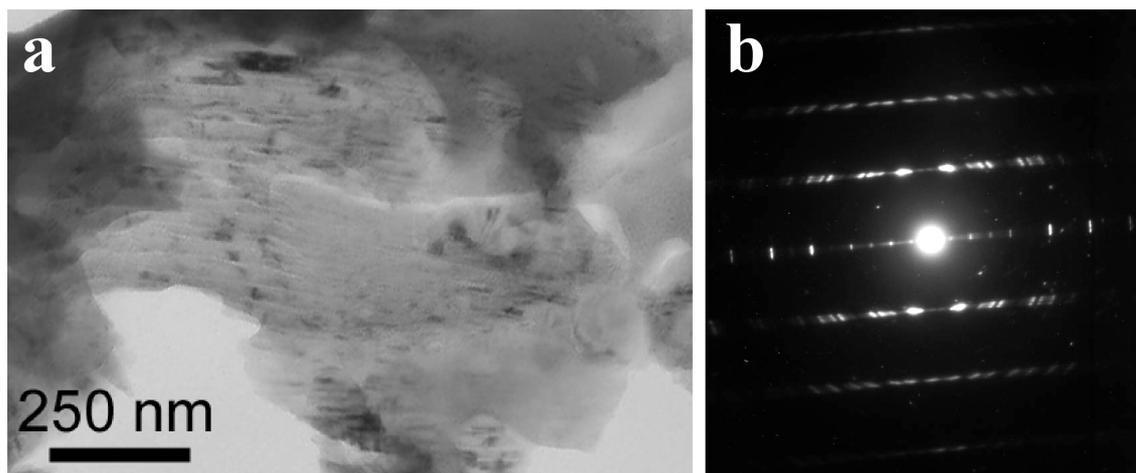


FIGURE 3.11 – (a) Image en champ clair d'un grain de pigeonite présentant une microstructure endommagée. (b) Cliché de diffraction associé correspondant à l'axe de zone $[010]$. L'orientation de ce grain correspond à celle des grains de pigeonite voisins.

3.1.3.2 Microstructure

Lamelles de clinostatite dans l'orthostatite Un cliché en champ clair ainsi que la diffraction associée d'un cristal d'orthostatite sont présentés sur la figure 3.12. Le système cristallographique est orthorhombique, de groupe d'espace $Pbca$. Les paramètres de maille observés sont compatibles avec les valeurs $a=18,23\text{\AA}$, $b=8,84\text{\AA}$, $c=5,19\text{\AA}$. Tous les cristaux d'enstatite rencontrés dans ces deux grains contiennent des défauts planaires, parallèles aux plans (100) . Contrairement au cas de la pigeonite, les clichés de diffraction ne révèlent pas de dédoublements des taches de diffraction associés à du maillage. Des images en haute résolution ont donc été réalisées (Fig. 3.13) permettant de relever les distances interréticulaires des phases constituant ces domaines. Il s'agit de lamelles de clinostatite (distance interréticulaire suivant $[100]$ de $=9,77\text{\AA}$) dans une matrice d'orthostatite (distance interréticulaire suivant la direction $[100]$ de $=18,23\text{\AA}$). La clinostatite est de système cristallographique monoclinique, les paramètres de maille sont $a=9,77\text{\AA}$, $b=8,96\text{\AA}$, $c=5,27\text{\AA}$ et $\beta = 108,99^\circ$

Les blocs fonctionnels de base de la structure des pyroxènes sont des tétraèdres de SiO_4 reliés par les sommets. Ils forment de longues chaînes le long de la direction $[001]$ (Papike & Cameron, 1976). Deux chaînes de tétraèdres sont reliées par des sites octaédriques accueillant principalement le magnésium. C'est l'orientation de ces sites qui amène à une structure monoclinique ou orthorhombique. En microscopie électronique en transmission, lorsque les plans (100) sont orientés parallèlement au faisceau d'électrons incident, le paramètre de maille "a" de la structure orthorhombique est mesurable. Il est environ deux fois plus grand que celui de la structure monoclinique.

La proportion de lamelles de clinostatite dans l'orthostatite est d'environ 20%. Elles sont constituées d'un nombre paire de mailles monocliniques. On trouve quelques motifs de 4 à 14 répétitions. Dans la plupart des cas, les lamelles traversent l'ensemble des grains cristallins. Cependant, certaines d'entre elles s'arrêtent et sont bordées par une dislocation partielle (Fig.

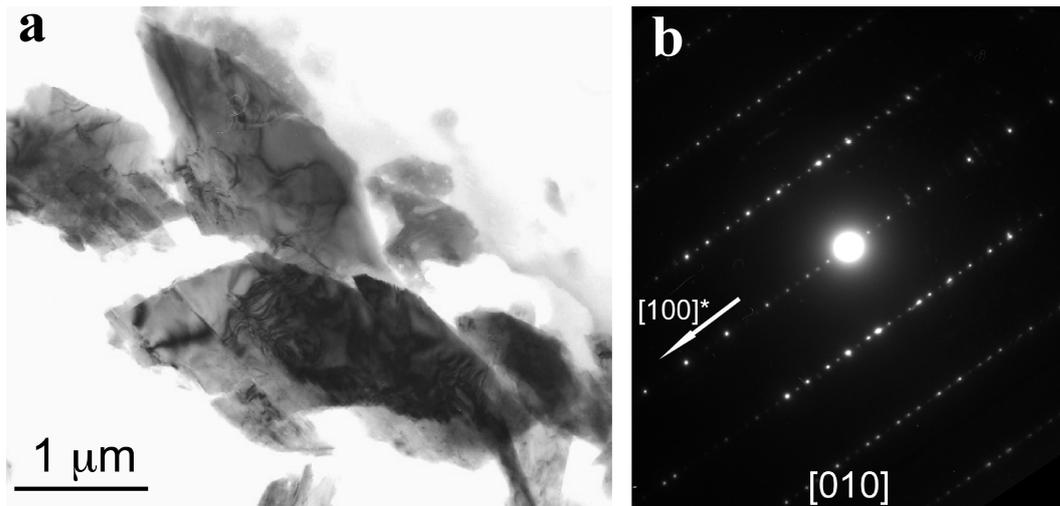


FIGURE 3.12 – (a) Image en champ clair d'un grain d'orthoenstatite. (b) Cliché de diffraction associé orienté selon l'axe de zone $[010]$.

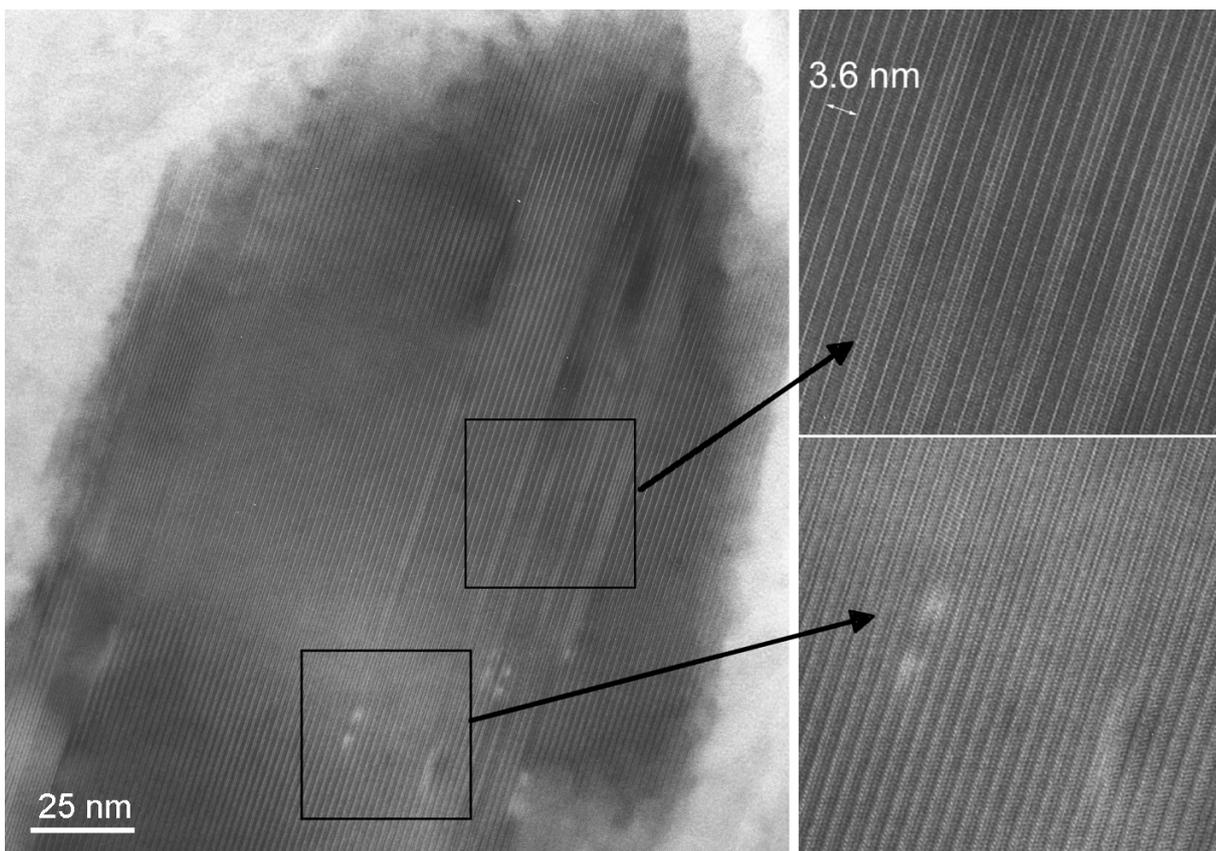


Figure 3.13: Grain d'enstatite de l'échantillon 2 de la trace 69 en imagerie haute résolution. Le paramètre de maille de l'orthopyroxène est de 18\AA et celui du clinopyroxène de 9\AA . Les lamelles de clinopyroxène apparaissent principalement par simple paire isolée. Plus rarement on y trouve des assemblages toujours pairs mais n'excédant pas un empilement de 14 lamelles simple. Quelques dislocations font la jonction entre la structure monoclinique et orthorhombique.

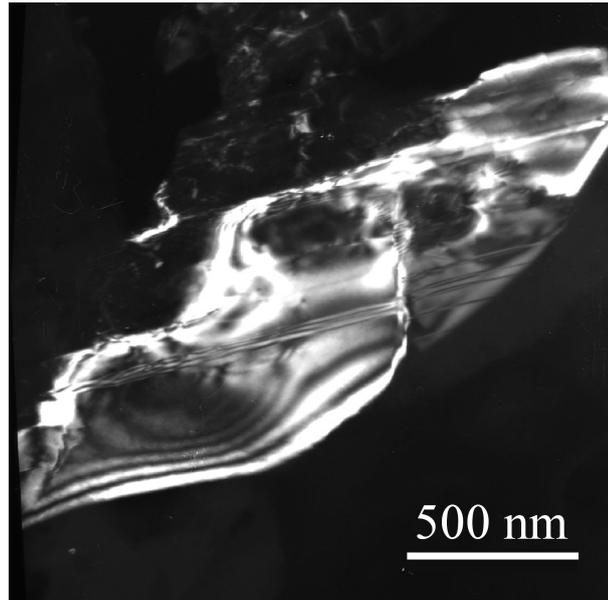


Figure 3.14: Image en champ sombre d'un grain d'enstatite de l'échantillon 2 du track 69. On y observe un joint de grain que des lamelles de clinoenstatite ne traversent pas.

3.13) accommodant la structure monoclinique des lamelles et celle orthorhombique de la matrice. Ces dislocations sont observables avec le vecteur de contraste $\vec{g} = 002$ et éteintes avec $\vec{g} = 400$. [100] et [001] sont les deux seuls vecteurs attendus (les deux plus petites translations de réseau). Ceci suggère un vecteur de burgers de type \vec{c} .

Quelques joints de grain ont été observés. Ils ne sont pas traversés par les lamelles. Ceci indique que les lamelles ont été formées postérieurement aux joints (Fig. 3.14).

Microstructure d'exsolution dans le diopside : Dans l'échantillon C2027-2-69-2, un grain riche en calcium présente des défauts planaires. Ils consistent en une juxtaposition de lamelles dans les plans (001), d'une épaisseur d'environ 7 nm et de période comprise entre 20 et 30 nm (Fig. 3.15a). Du fait de leur très petite taille, la composition de ces lamelles n'a pu être mesurée individuellement. La composition moyenne de ce grain riche en calcium est présentée dans la table 3.3. Le caractère biphasé de l'assemblage est mis en évidence par diffraction électronique (Fig. 3.15b et c). Les clichés révèlent la superposition de deux phases, l'une étant monoclinique de groupe d'espace C2/c et l'autre, elle aussi monoclinique mais de groupe d'espace P2₁/c. Ces deux phases se distinguent grâce à leurs paramètres de maille différents. On observe notamment un très net dédoublement des réflexions hk0 qui se produit en raison de la différence de l'angle β : $\Delta\beta = 3^\circ$ entre les deux structures. De faibles différences de paramètres de maille sont tout de même observables pour les plans d'indices plus élevés. Il s'agit d'un assemblage de diopside (da paramètres de maille compatibles avec les valeurs $a=9,75\text{\AA}$, $b=8,95\text{\AA}$, $c=5,25\text{\AA}$ et $\beta=105,63^\circ$, de système cristallographique monoclinique et de groupe d'espace C2/c) et de pigeonite en relation d'exsolution. Ces différences structurales se traduisent par le léger dédoublement des taches que l'on peut observer sur la figure (Fig. 3.15c).

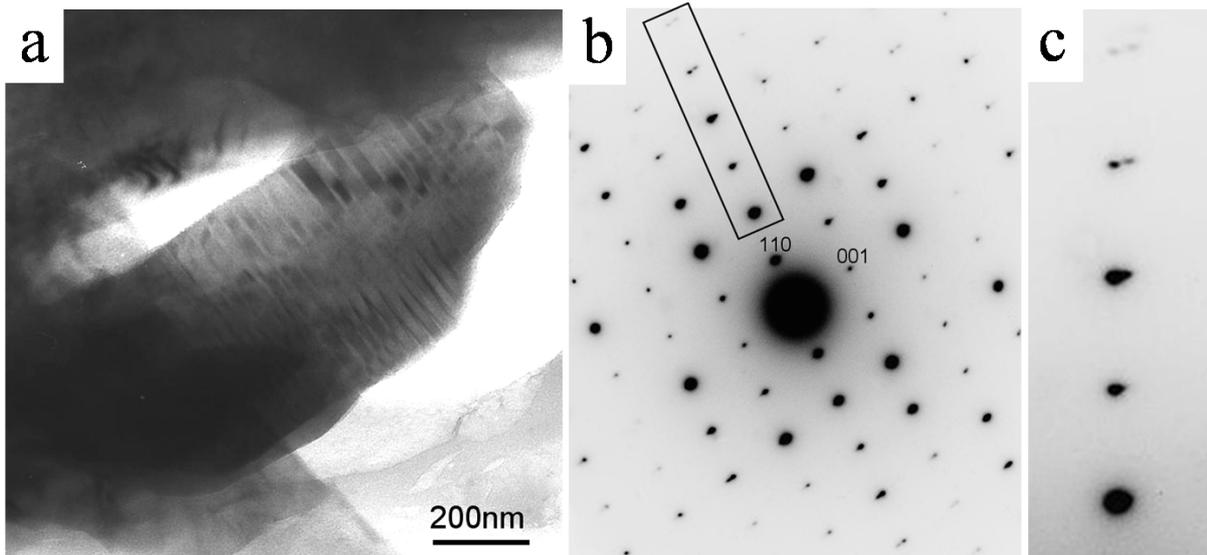


FIGURE 3.15 – (a) Image en champ clair du grain de diopside exsolvé présent dans l'échantillon n°2 de la trace 69. On y distingue une microstructure d'exsolution de pigeonite dans le diopside. (b) Cliché de diffraction électronique en axes de zone $[\bar{1}10]$. Les tâches montrent un dédoublement le long de la direction $[110]^*$, ce qui est mieux observable sur la partie (c) de cette figure. (c) Ce dédoublement de tâche est dû à la présence de deux phases, l'une riche et l'autre pauvre en calcium et correspond à la différence de paramètres de maille entre ces structures cristallographiques, l'une $C2/c$, l'autre $P2_1/c$.

Dislocations :

- **Orthopyroxène** : En plus des dislocations partielles observées à l'extrémité des lamelles de clinostatite dans la matrice d'orthoestatite, des dislocations sont présentes dans les deux échantillons C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2. Elles sont orientées selon une direction compatible avec $[100]$ (Fig. 3.16a). Les longs segments sont observables avec le vecteur de contraste $\vec{g} = 310$ et sont éteints avec le vecteur $\vec{g} = 202$. Ceci est donc compatible avec des dislocations de vecteur de Burgers $[010]$ au caractère coin. Quelques dislocations courtes sont observables avec le vecteur de contraste $\vec{g} = 202$, les rendant compatibles avec un vecteur de Burgers $[001]$. La densité de dislocations est faible.

- **Diopside** : Concernant les grains de diopside, des dislocations au caractère vis de vecteur de Burgers $[001]$ ont été observées (Fig.3.16b). Elles traversent les domaines exsolvés. Elles sont aussi localement courbées le long des plans (001) de l'exsolution. La formation des dislocations est donc postérieure à la formation des lamelles d'exsolutions.

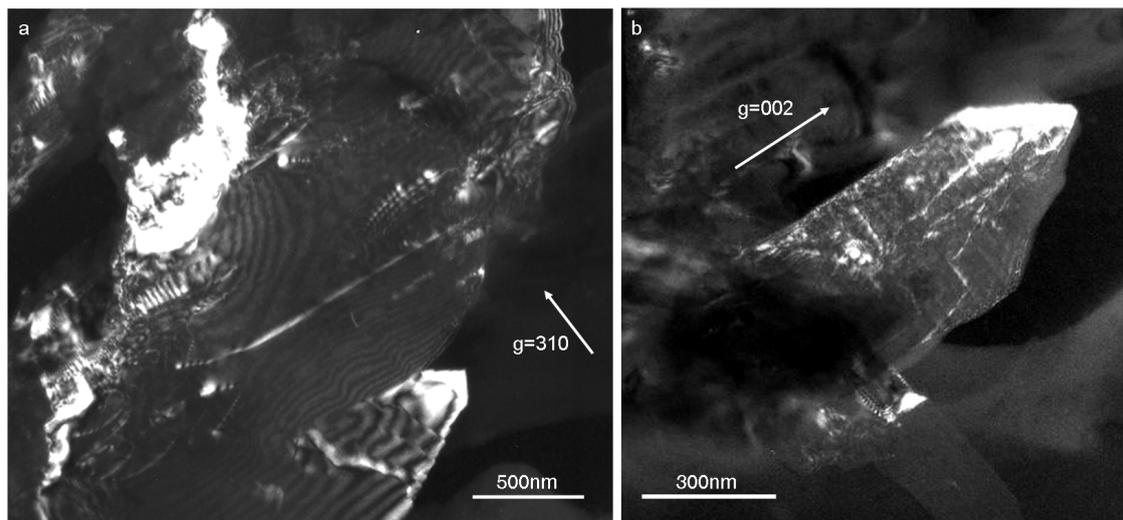


FIGURE 3.16 – Images en champ sombre de dislocations présentes dans l'échantillon 2 de la trace 69. (a) dans un grain d'orthoenstatite. (b) dans un grain de diopside exsolvé.

3.2 Les échantillons extraits des murs de la trace n°80

L'aérogel de capture utilisé pour la mission Stardust est un matériau très peu dense, microporeux, composé d'un réseau tridimensionnel de clusters nanométriques de SiO_2 liés entre eux et formant de longues chaînes. La distance entre les chaînes définit la taille de pore qui est typiquement de 10 nm. Cette configuration représente une surface spécifique de l'ordre de $1000 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$. Ce matériau a une très faible conductivité thermique, de l'ordre de $0,02 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Des modèles théoriques de capture à haute vitesse montrent que les échantillons collectés peuvent être préservés après cet événement. Cependant ils subissent de l'échauffement qui peut modifier la microstructure originale (Anderson & Ahrens, 1994; Trucano & Grady, 1995; Anderson, 1998; Domínguez *et al.*, 2004). En effet, l'énergie cinétique du projectile est dissipée sur quelques millimètres en quelques microsecondes. Cette énergie est évacuée par la chaleur associée aux frottements. Ceci induit la fusion partielle de la particule ainsi que celle de l'aérogel environnant. Il a été estimé qu'à $6 \text{ km} \cdot \text{s}^{-1}$, la température de l'aérogel choqué au moment de l'entrée de la particule pouvait atteindre 10 000 K (Anderson, 1998). Précisons ici que cette température n'est pas celle associée à la particule impactante. Nous reviendrons sur ce point dans la discussion. La couronne amorphe observée autour des grains cristallins précédemment décrits est le résultat de cet épisode de haute température. Nous présenterons dans cette section les résultats obtenus sur des échantillons ayant beaucoup souffert de l'événement thermique associé à la collecte.

3.2.1 Présentation des échantillons

Nous avons étudié quatre particules ayant subi des interactions à haute température avec l'aérogel. Elles proviennent de la trace n°80, de la cellule 2092 localisées sur la figure 3.17. Cette trace est large et présente une importante section à l'entrée. Deux particules terminales sont recensées

2. La conductivité thermique des métaux est supérieure à $50 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ et celle du diamant à $1000 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

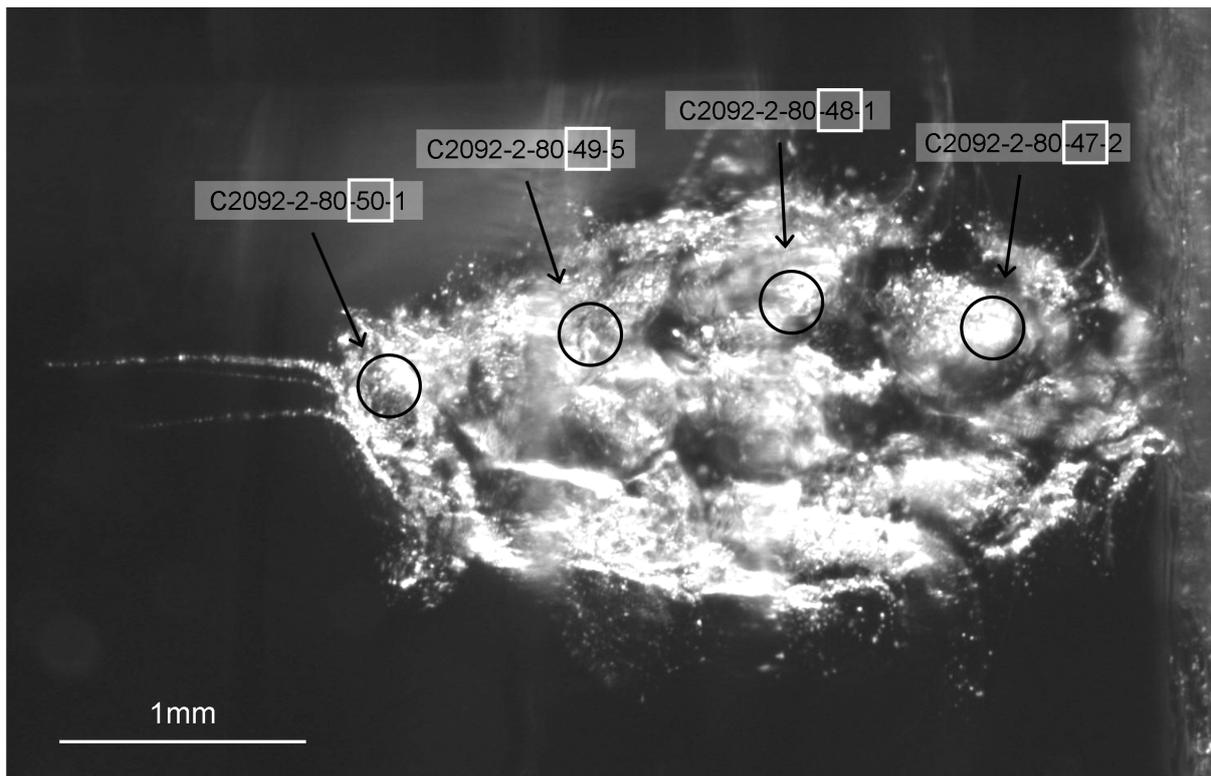


FIGURE 3.17 – Trace de décélération n°80 et localisation des quatre échantillons étudiés.

ce qui définit cette trace en type B mais elle est très proche d'un type C (voir chapitre 2). Les particules étudiées ont été extraites dans les murs du bulbe à des profondeurs de pénétration différentes. Elles sont numérotées C2092-2-80-47, C2092-2-80-48, C2092-2-80-49 et C2092-2-80-50, prélevées respectivement à 0,8, 1,5, 2,5 et 3,5 mm de la surface d'entrée (Fig. 3.17). L'objectif de l'étude de ces quatre particules est double : étudier les relations de composition ou de minéralogie selon la distance de pénétration de la matière et tenter de savoir si il y a une gradation de modification thermique associée à la collecte, là encore en fonction de la distance de pénétration.

3.2.2 Microstructure

Trois des échantillons étudiés (47, 48 et 50) sont composés de deux parties distinctes. Leur surface totale est de $25 \mu\text{m}^2$ pour l'échantillon 47, $12 \mu\text{m}^2$ pour l'échantillon 48 et $5 \mu\text{m}^2$ pour l'échantillon 50. Seul l'échantillon 49 est formé d'une seule partie et présente une surface d'environ $25 \mu\text{m}^2$. Une image en champ clair de chaque échantillon est présentée sur la figure 3.18. Les grains sont constitués de lamelles parallèles dues au passage du couteau lors de la coupe par ultramicrotomie (Fig. 3.18 et 3.19). Les quatre échantillons ont une microstructure très comparable. Ils sont constitués d'une matrice amorphe contenant un grand nombre d'inclusions opaques et de cavités (Fig. 3.19a). Certaines zones ne contiennent ni inclusions, ni cavités (Fig. 3.19b).

Une couronne d'aérogel compressé est visible autour des échantillons. Cette zone se distingue par une différence de densité, donc par une variation de contraste (Fig. 3.18). Elle présente aussi une

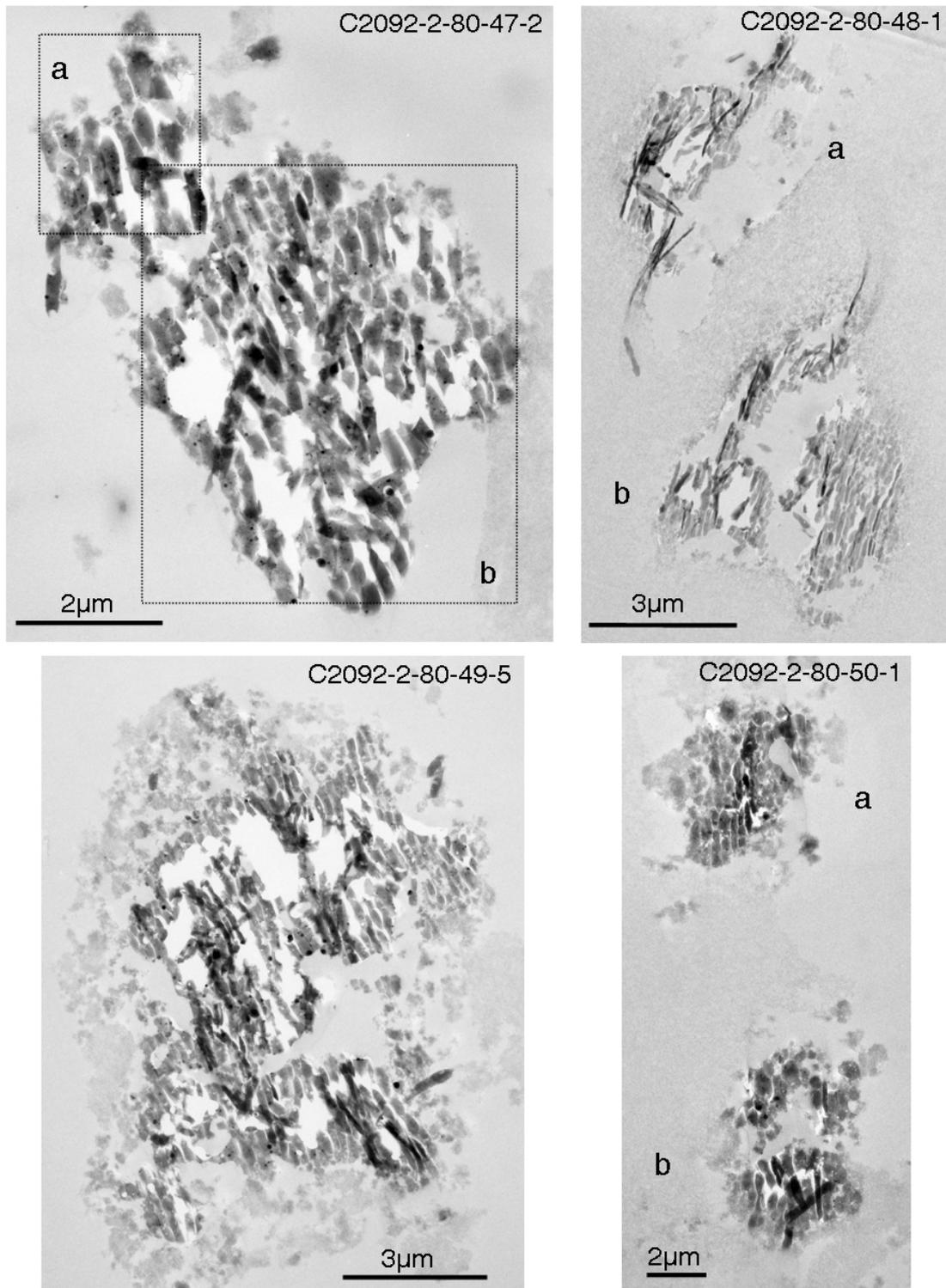


FIGURE 3.18 – Images en champ clair de la vue générale des quatre échantillons de la trace n°80. Les échantillons 47, 48 et 50 sont composés de deux parties notées a et b.

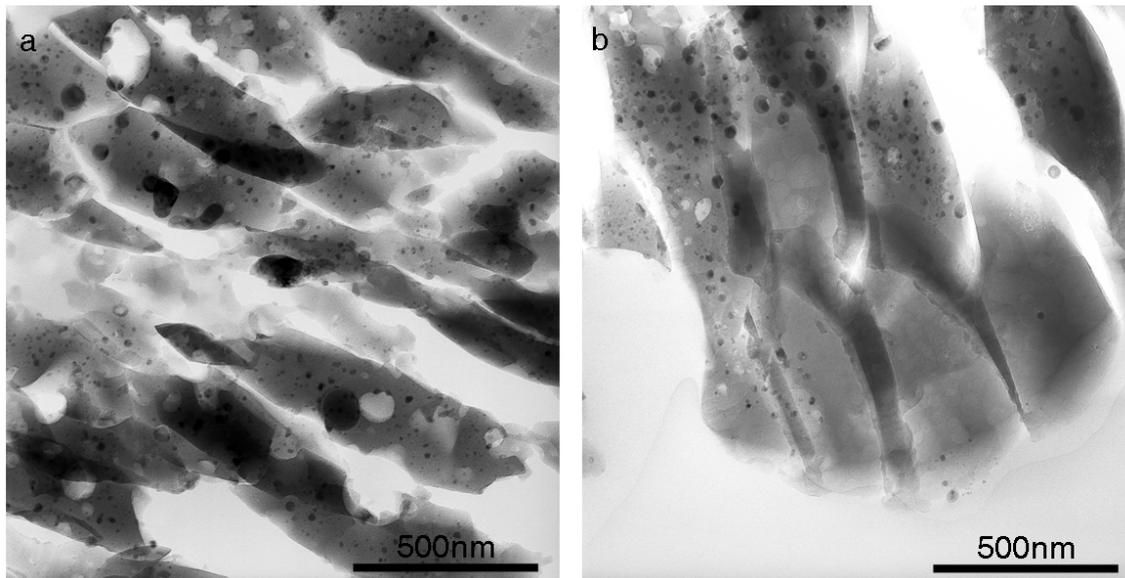


FIGURE 3.19 – Images en champ clair illustrant la microstructure typique de la matrice amorphe. L’aspect en lamelles est dû à la préparation par ultramicrotomie. (a) En contraste sombre apparaissent les inclusions et en contraste clair les cavités. (b) Cette zone ne présente ni inclusion, ni cavités.

émission plus faible de rayons X en analyse EDX.

3.2.2.1 Inclusions et cavités

Les inclusions sombres (Fig. 3.19a et 3.20) sont des billes cristallines composées de fer, de nickel et de soufre. On en observe plusieurs types. La plupart sont de très petite taille, inférieure à 20 nm et présentes en très grande densité (Fig. 3.20a). L’interface entre ces inclusions et la matrice amorphe est nette. D’autres, de plus grande taille, ne sont pas complètement sphériques et présentent des facettes (Fig. 3.20b). Elles sont généralement de taille supérieure à 50 nm de diamètre. Une troisième famille de billes présente une couche externe très visible. Elles sont généralement de taille supérieure à 50 nm. Elles sont constituées d’un cœur métallique de fer-nickel entouré d’une couche externe de sulfure de fer (Fig. 3.20c). Cet assemblage est clairement observable en cartographie des éléments (Fig. 3.21). L’épaisseur de la couche de soufre est variable d’une bille à une autre. Les petites billes qui contiennent elles aussi du soufre doivent présenter cette configuration en cœur / couche. Leur petite taille ne permet pas d’obtenir des images claires à cette échelle. Quelques billes de forme allongée ont été observées dans ces échantillons (Fig. 3.20e).

La taille moyenne des billes métalliques est d’environ 20 nm et s’étend de quelques nanomètres à environ 100 nm de diamètre avec certaines exceptions allant jusqu’à 200 nm. Les quatre échantillons sont composés de 100 à 200 billes par μm^2 . Néanmoins, il y a de fortes variations au sein même d’un échantillon, dont des zones sans aucune inclusion (Fig. 3.19b). On peut noter une densité un peu plus faible des billes dans l’échantillon 48.

La composition individuelle des billes est difficile d’accès. En effet, elles sont incluses dans une matrice d’environ 70 nm d’épaisseur et ont pour la majorité un diamètre inférieur à cette épaisseur.

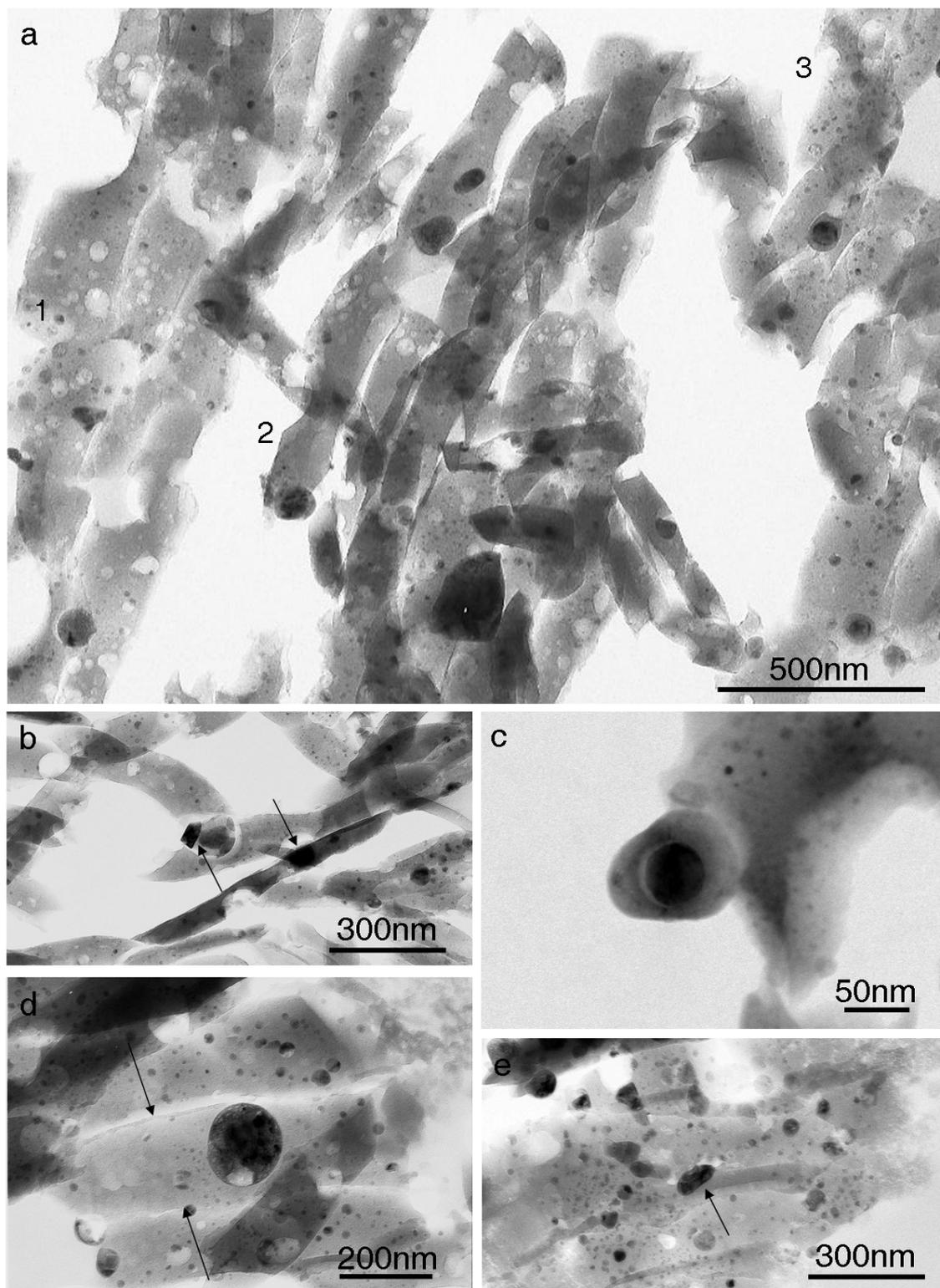


FIGURE 3.20 – (a) Image en champ clair d’une vue générale d’un grain vitrifié. En 1 on observe une zone avec beaucoup de bulles, en 2 une zone avec peu de billes d’un diamètre de l’ordre de 100 nm et en 3 une zone avec de nombreuses billes d’un diamètre de l’ordre de 20 nm. (b) Image d’une bille métallique présentant des facettes géométriques ; (c) Image d’une bille très entourée par une couronne riche en soufre ; (d) Image d’une bille de grand diamètre entourée par une multitude de petites billes. Les flèches montre la présence d’une interface plane limitant deux domaines, avec et sans billes ; (e) Image d’une bille de forme allongée.

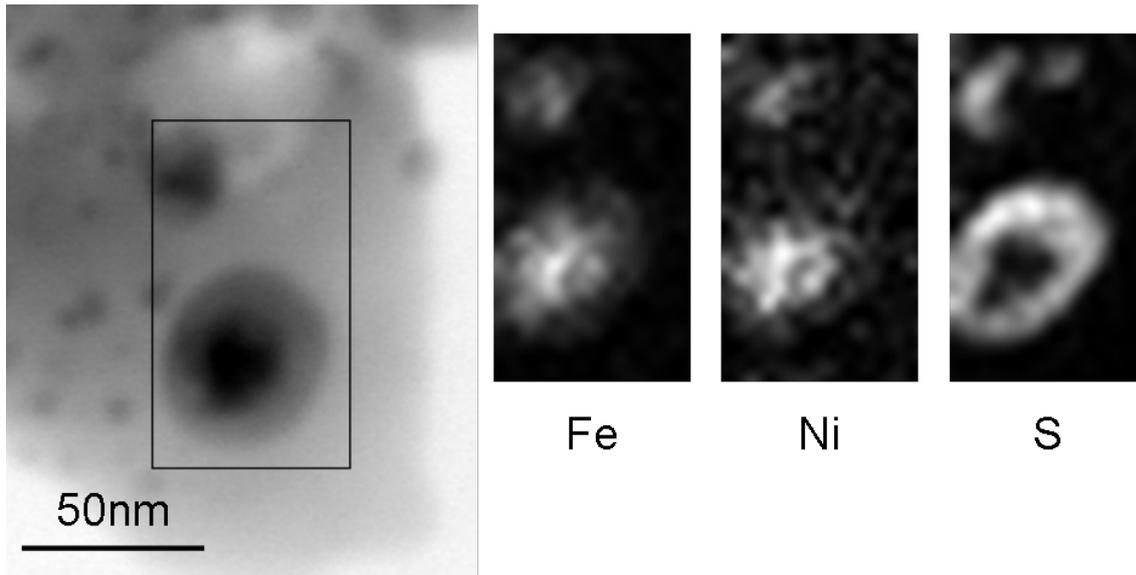


FIGURE 3.21 – Image STEM en champ clair et image chimique en élément déduite de cartographie EDX du fer, nickel et soufre. Le cœur est constitué de fer-nickel entouré d’une couche externe composée de fer et de soufre. Chaque spectre est relevé tous les 5 nm durant une seconde avec une sonde de 5 nm de diamètre. Les caractéristiques d’émission permettent d’acquérir environ 1500 coups par seconde.

Les compositions relevées en EDX incluent donc des éléments de la matrice amorphe, dont du fer et du soufre. La composition moyenne des billes de l’échantillon 47 est comparable à celle des autres échantillon et vaut : Fe=58,19 at.%, Ni=2,29 % et S=39,52 % . Les compositions amenant à cette moyenne ont été mesurées en incluant la couronne de soufre lorsqu’elle était présente. Cette composition moyenne illustre un fort taux de soufre et un faible taux de nickel. Les échantillons contiennent donc davantage de sulfure de fer que de fer métallique.

La figure 3.22 représente la distribution des compositions des billes métalliques présentes dans une zone de l’échantillon 49. Elles sont placées dans un diagramme de phase Fe-Ni-S. On remarque une grande diversité des compositions alignées sur une droite allant du pôle Fe-S à une composition Fe-Ni avec environ 5% de nickel.

Les cavités sont de taille variable, en moyenne 50 nm de diamètre (Fig. 3.23). Leur densité est elle aussi variable au sein d’un même échantillon. Elle est plus faible que celle des billes et vaut environ 10 cavités par μm^2 . Elles ne présentent pas de matériau à l’intérieur. Elles semblent être des reliques de bulles qui se sont formées durant la collecte. Cependant, s’il existait des traces du gaz les ayant formées, l’analyse EDX ne permettrait pas d’obtenir sa composition.

3.2.2.2 Matrice vitreuse

La matrice vitreuse est essentiellement composée de silice. Des compositions typiques de matrice sont présentées dans la table 3.4. Les cartographies EDX révèlent une hétérogénéité de distribution des éléments chimiques. La figure 3.24 présente la répartition des éléments oxygène, silicium, magnésium, fer, soufre, nickel, aluminium et calcium. Les autres éléments ne sont pas présentés

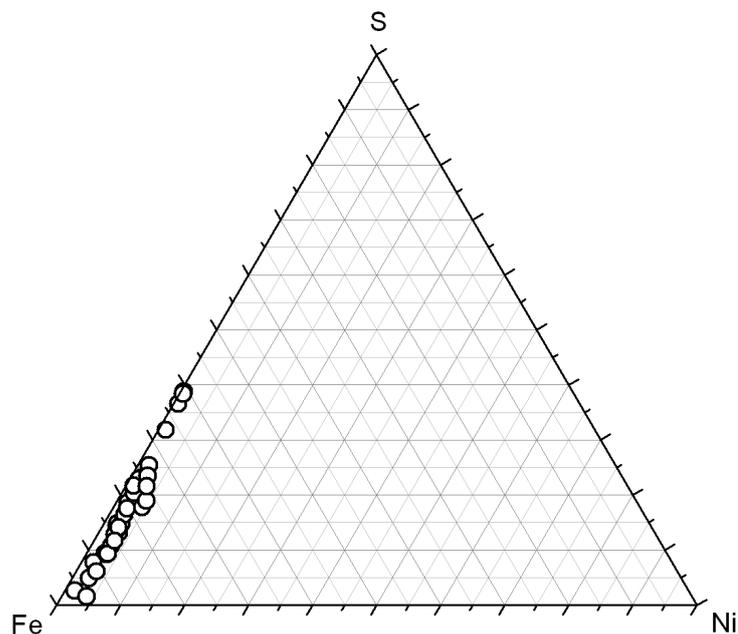


FIGURE 3.22 – Diagramme ternaire Fe-Ni-S représentant les compositions de billes métalliques d'une zone de l'échantillon 49 en pourcentage atomique. Les mesures sont effectuées en prenant garde d'inclure la couronne de soufre dans la zone d'analyse. Les compositions sont très variables et s'alignent sur une droite passant par le pôle Fe-S et le pôle Fe avec un petit enrichissement en nickel.

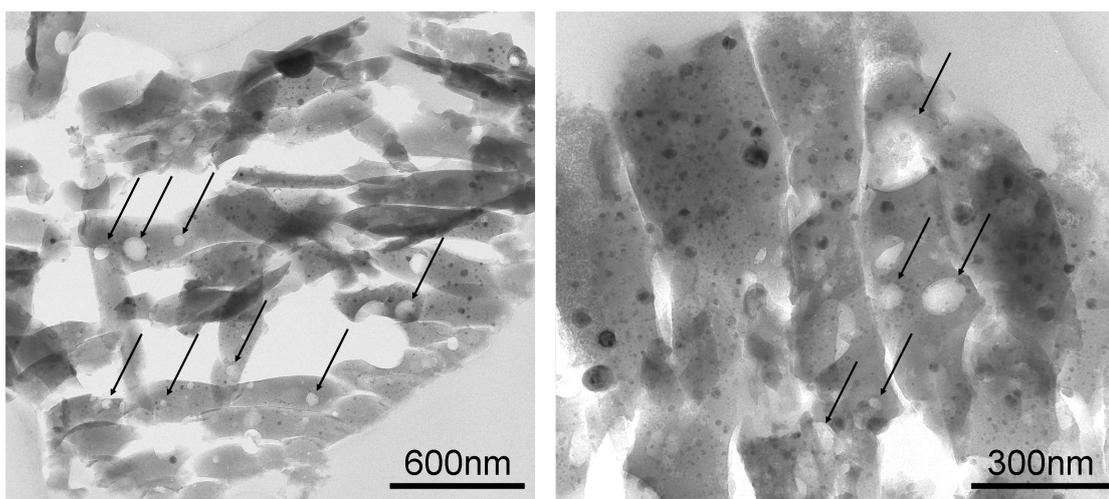


FIGURE 3.23 – Images en champ clair de cavités présentes dans l'échantillon 49.

O	Si	Fe	S	Mg	Al	Ca	Cr	Mn	Ni
Zones riches en magnésium									
63,33	25,85	0,33	1,44	7,91	0,60	0,15	0,05	0,04	0,06
65,94	21,31	0,37	0,39	10,99	0,35	0,13	0,00	0,02	0,00
61,48	22,41	0,45	0,50	13,75	0,57	0,22	0,01	0,01	0,01
Zones pauvres en magnésium									
65,98	31,24	1,29	0,35	0,98	0,05	0,03	0,02	0,03	0,02
65,68	29,73	1,71	0,73	1,63	0,31	0,09	0,01	0,03	0,07
65,93	30,88	0,65	0,90	1,09	0,39	0,11	0,00	0,05	0,01
65,92	31,47	0,55	0,66	1,19	0,00	0,10	0,07	0,02	0,02
66,10	31,35	0,99	0,41	1,03	0,05	0,03	0,00	0,02	0,00

TABLE 3.4 – Composition types de la matrice amorphe en pourcentage atomique. Ces compositions sont données pour des zones riches et des zones pauvres en magnésium.

Echantillon	47	48	49	50
Fraction volumique des poches riches en magnésium	0,11	0,09	0,14	0,15

TABLE 3.5 – Fraction volumique de zones riches en magnésium pour chaque échantillon.

car leur faible proportion induit un signal EDX trop faible. En général les répartitions de fer, soufre et nickel sont bien corrélées. Ces éléments ne sont pas présents dans la matrice vitreuse mais uniquement dans les inclusions sombres. Le magnésium est quant à lui réparti sur l'ensemble de l'échantillon, mis à part sur les billes, de manière hétérogène. Dans la majorité des cas, le magnésium se trouve à hauteur de 1 à 2% atomique dans les zones contenant des billes métalliques. Les zones ne contenant aucune inclusions métalliques sont plus riches en magnésium (environ 15 at.%). Ceci s'observe sur les cartes de répartition des figures 3.24 et 3.25.

La proportion volumique de ces poches riches en magnésium représente environ 10 à 15% pour chaque échantillon (Tables 3.5). Les interfaces des poches sont nettes, sans gradient de composition. Cette configuration suggère que ces régions riches en magnésium sont des petits grains fantômes que l'on peut apercevoir grâce à la technique de spectre image. Elles sont invisibles en imagerie TEM ou STEM. Elles correspondent à des reliques de silicates magnésiens dilués dans la silice durant la collecte. Une unique poche riche en aluminium, cerclé sur la carte de cet élément de la figure 3.24, pourrait correspondre à un spinelle alumineux. Ce type de distribution très hétérogène est identique pour tous les échantillons. On voit donc que le mélange avec l'aérogel est très local et permet tout de même l'observation et la caractérisation des reliques d'objets initiaux constituant les grains.

3.2.3 Composition chimique

3.2.3.1 Composition moyenne des échantillons

La figure 3.26 est un spectre EDX d'une zone large d'un échantillon. L'oxygène et le silicium ont une intensité plus élevée que les autres éléments. Toutefois, le magnésium, le fer et le soufre

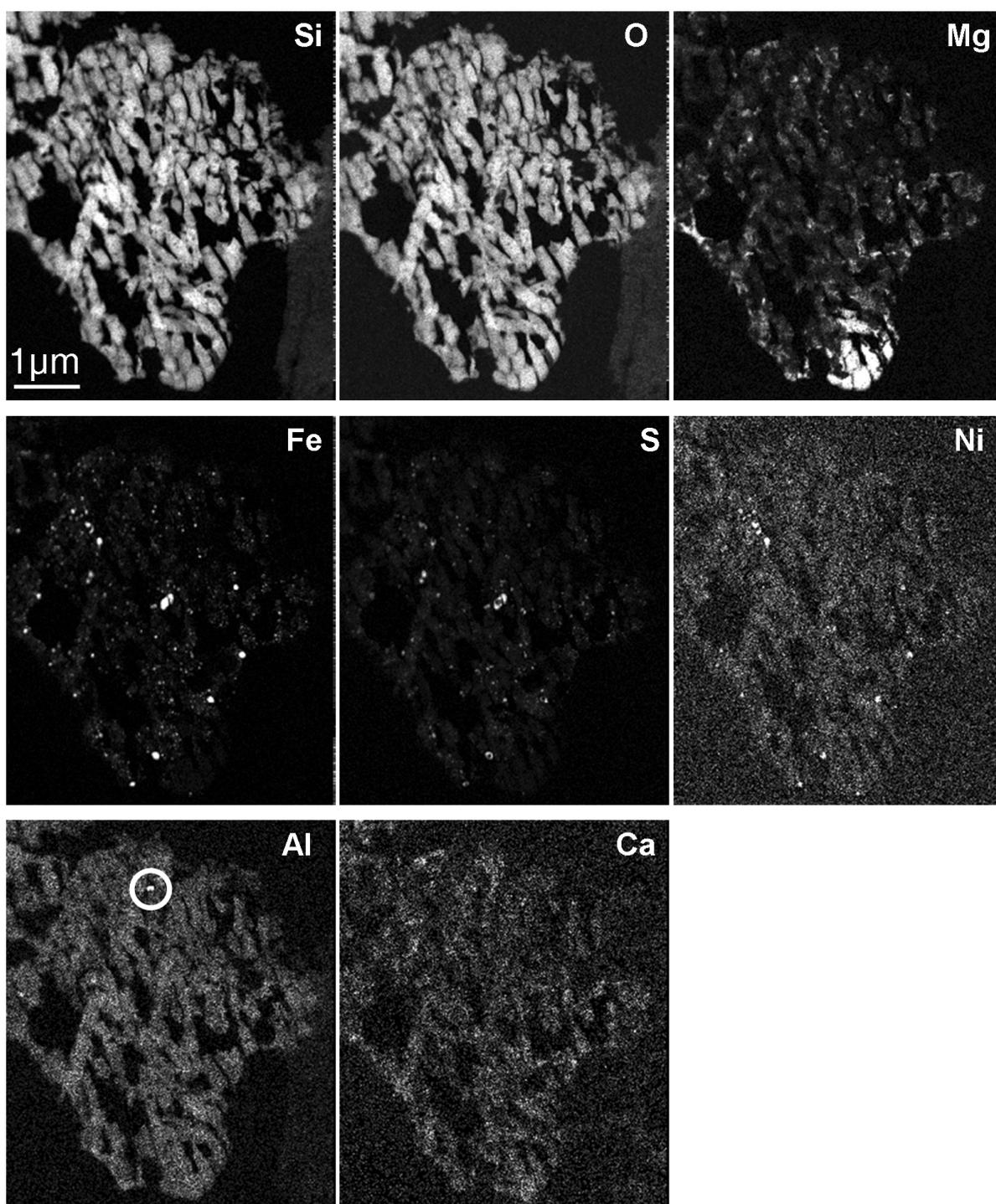


FIGURE 3.24 – Distribution élémentaire du silicium, oxygène, magnésium, fer, soufre, nickel, aluminium et calcium de l'échantillon 47b. Chaque spectre est relevé tous les 20 nm durant une seconde avec une sonde de 15 nm de diamètre. Les caractéristiques d'émission permettent d'acquérir environ 1500 coups par seconde. Le silicium et d'oxygène sont omniprésents dans la matrice vitreuse, le magnésium est réparti de manière hétérogène et le fer, le nickel et le soufre sont systématiquement associés dans les billes métalliques. L'aluminium et le calcium sont difficilement exploitables et seul un spot d'aluminium est observé sur cet échantillon.

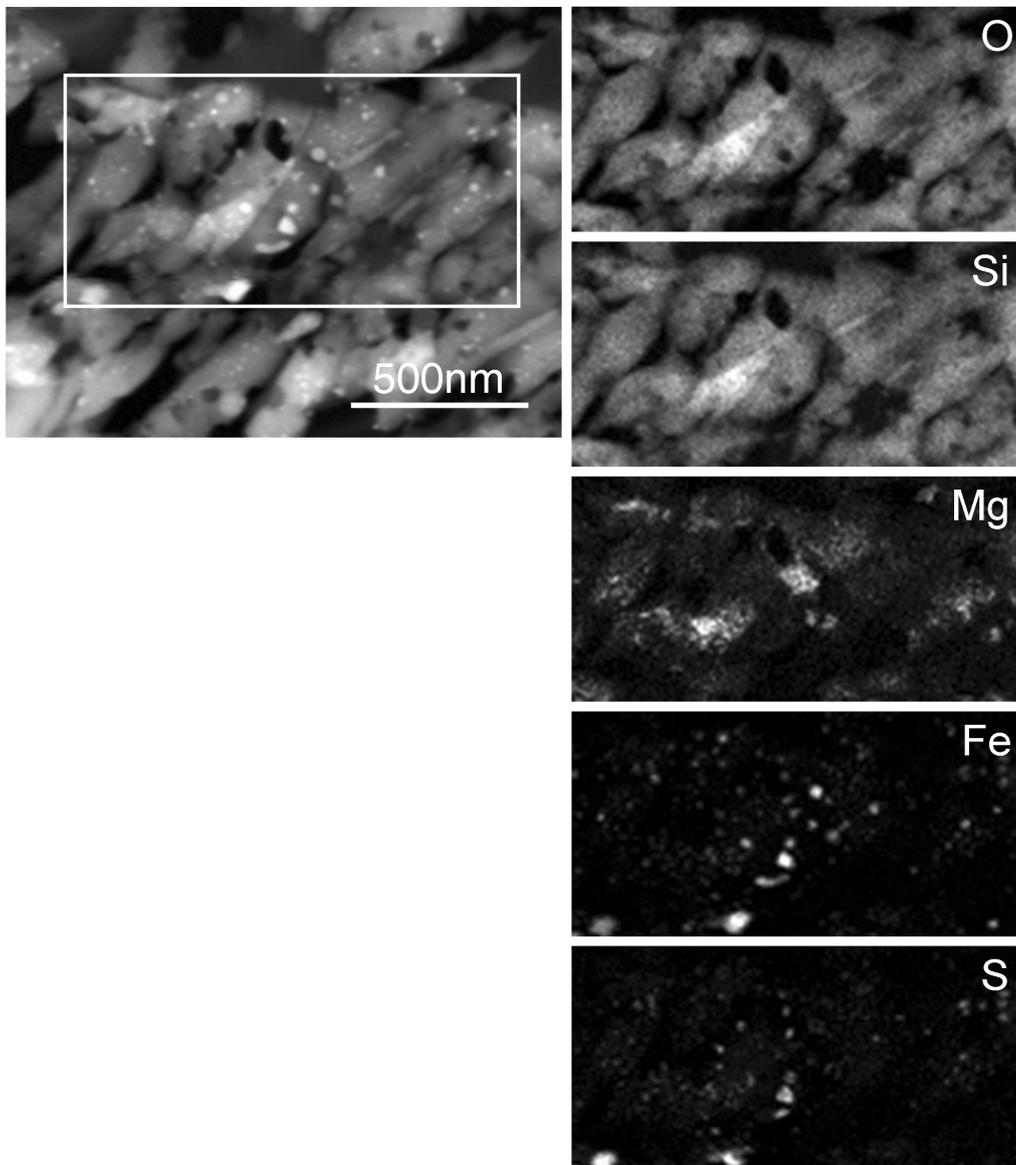


FIGURE 3.25 – Image STEM et distributions élémentaires de l’oxygène, du silicium, magnésium et fer d’une partie de l’échantillon 47A. Chaque spectre est relevé tous les 10 nm durant une seconde avec une sonde de 8 nm de diamètre. Les caractéristiques d’émission permettaient d’acquérir environ 1500 coups par seconde. Cette figure rend compte de la présence du magnésium sous forme de petits grains “fantômes”.

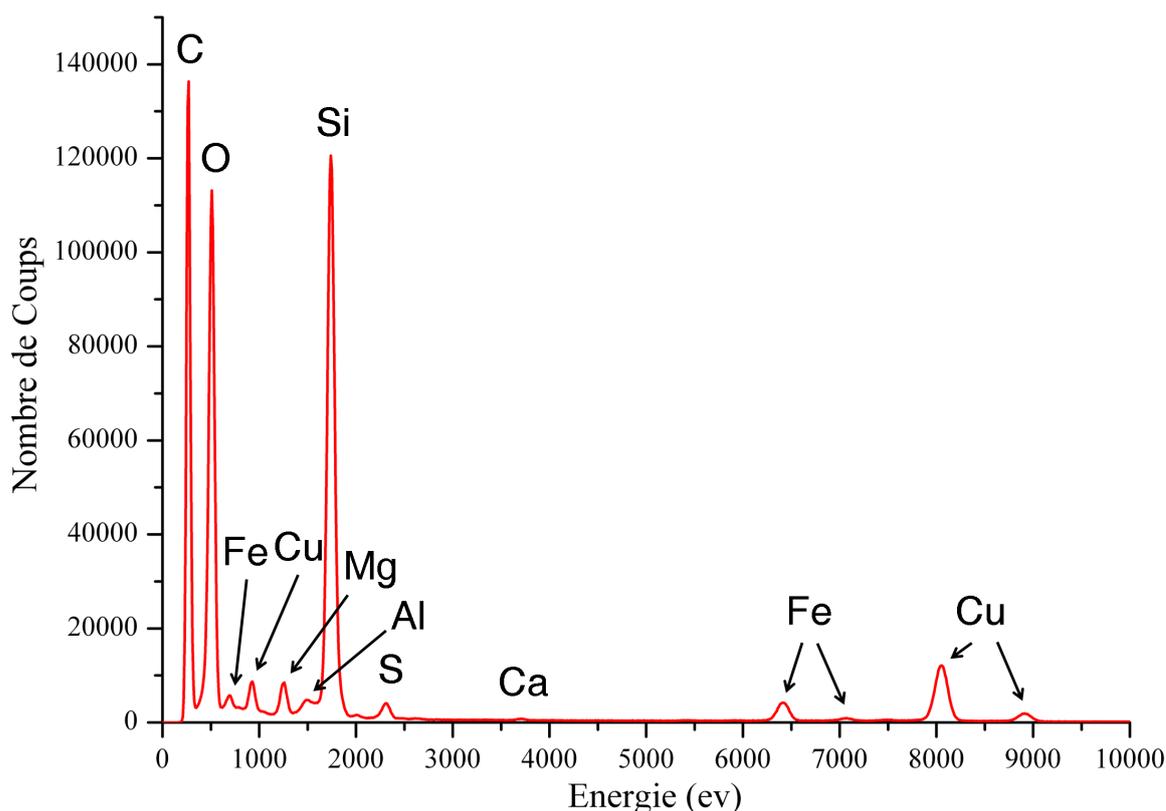


FIGURE 3.26 – Spectre EDX d’une zone large ($\approx 6 \mu\text{m}^2$) d’un échantillon thermiquement modifié. Les nombres de coups du silicium et de l’oxygène sont très importants, dus à la contribution de l’aérogel. Le cuivre correspond à la grille de microscopie. Les pics de fer soufre et magnésium sont quantifiables. Le pic d’aluminium est très proche du signal du silicium. La déconvolution de ce pic est difficile ce qui aura pour conséquence de systématiquement surévaluer la quantité de cet élément dans ce type de microstructure. Les autres éléments sont difficiles à extraire du fond continu.

sont quantifiables. Par contre il est très difficile d’extraire les autres éléments du fond continu. Le signal de l’aluminium est difficile à exploiter car son énergie (1,49 Kev) est très proche de celle du silicium (1,74 Kev). Les compositions moyennes de chacun des échantillons sont présentées dans la table 3.6. Le magnésium, le fer et le soufre représentent 1 à 4 % atomique, l’aluminium 0,7 % au maximum, le calcium, le chrome, le manganèse et le nickel sont difficilement quantifiables et représentent chacun moins de 0,1 %. Il est intéressant de noter la différence de composition entre ces quatre échantillons provenant d’une même particule incidente. La proportion de silice est variable en fonction des échantillons, ce qui suggère un taux d’imprégnation en aérogel variable selon les échantillons.

Une des difficultés de l’étude de ces échantillons est d’extraire des informations concernant leur composition initiale. Habituellement, les objets étudiés, notamment les IDPs ou les matrices à grains fins de météorites sont représentés dans un diagramme ternaire fer, magnésium et silicium. L’interaction des échantillons avec l’aérogel de silice nous oblige à s’affranchir du silicium. Leroux *et al.* (2009) ont proposé de représenter la composition de ce type d’échantillons de Stardust

Echantillon	O	Si	Mg	Fe	S	Ni	Al	Ca	Ti	Cr	Mn
47 partie A	66,2	30,3	1,40	0,89	0,77	0,06	0,30	0,09	0,00	0,02	0,01
47 partie B	65,7	28,7	2,28	1,36	1,16	0,07	0,61	0,09	0,02	0,02	0,01
48 partie A	70,4	26,7	1,10	0,46	0,49	0,07	0,45	0,10	0,00	0,03	0,02
48 partie B	68,7	29,3	0,49	0,36	0,34	0,06	0,60	0,09	0,00	0,01	0,01
49	66,0	29,4	1,40	1,32	1,15	0,06	0,38	0,08	0,00	0,02	0,01
50 partie A	65,3	26,7	2,66	2,37	1,93	0,10	0,47	0,00	0,00	0,07	0,02
50 partie B	66,3	29,9	0,40	1,46	1,15	0,05	0,43	0,11	0,00	0,07	0,02

TABLE 3.6 – Composition moyenne des échantillons en pourcentage atomique.

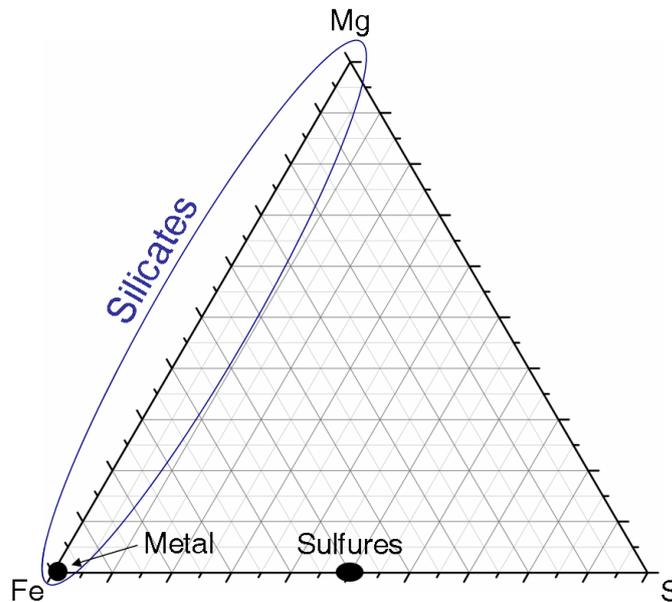


FIGURE 3.27 – Ternaire Fe-Mg-S représentant les positions des composés majeurs attendus dans les échantillons de Wild2 (silicates ferro-magnésiens, sulfure de fer et fer métallique).

dans un diagramme ternaire Fe-Mg-S qui sont les trois éléments majeurs après l'oxygène et le silicium. Cette représentation permet de mettre en évidence les silicates entre le pôle magnésien et le pôle fer, les sulfures de fer entre les pôles fer et soufre et le fer métallique (Fig. 3.27) qui sont les constituants majeurs des météorites (voir premier chapitre). Les différents corps connus du système solaire peuvent être également représentés (Fig. 3.28).

Les compositions moyennes des échantillons étudiés sont représentées dans le diagramme ternaire de la figure 3.28. Elles sont très variables. Plus particulièrement c'est le taux de magnésium vis à vis du couple fer/soufre qui varie. Il se dessine sur ce diagramme une droite de mélange entre le pôle magnésien et la composition $\text{Fe}_{0,55}\text{S}_{0,45}$. Ceci illustre un rapport S/Fe constant, d'environ 0,85. Il apparaît aussi sur ce diagramme que de nombreuses compositions se trouvent proches de la composition CI. Ce constat a déjà été effectué sur d'autres échantillons de ce type (Leroux *et al.*, 2008a, 2009).

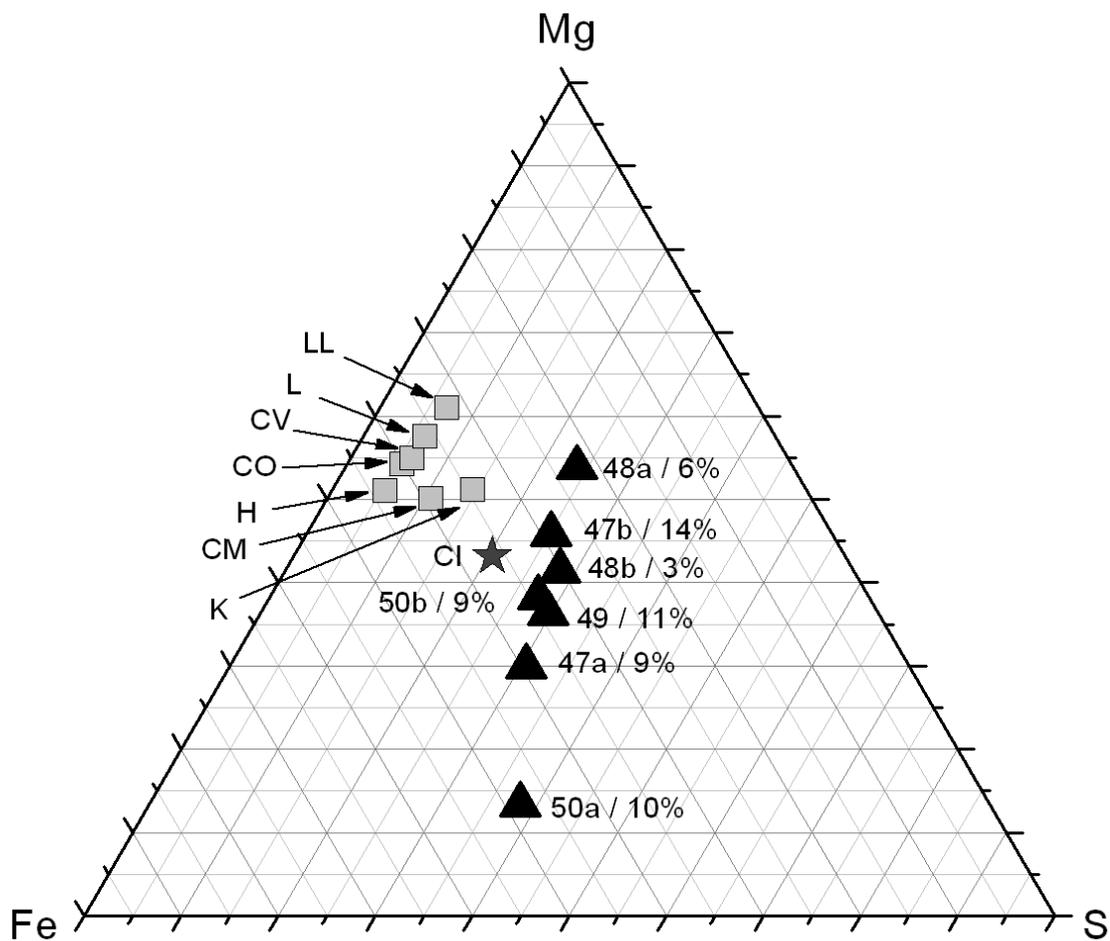


FIGURE 3.28 – Compositions moyennes en pourcentage atomique des 4 particules thermiquement modifiées de la trace n°80 représentées dans ternaire Fe-Mg-S. Les quantités de matériau cométaire contenues dans chaque échantillon sont reportées.

Echantillon	47	48	49	50	CI
Rapport S/Fe	0,84	0,89	0,88	0,84	0,56

TABLE 3.7 – Rapport S/Fe de chaque échantillon déduit par la régression de la droite tracé dans les diagrammes ternaires de la figure 3.29. La composition CI est donnée à titre de comparaison (Wasson & Kallemeyn, 1988).

3.2.3.2 Distribution des compositions au sein d'un échantillon

Les relevés de composition locaux sur chaque grain à partir des cartographies permettent de mieux comprendre ces assemblages de composition moyenne différente pour les quatre échantillons. Pour cela, nous avons extrait les compositions en sommant les spectres de chaque pixel de zones d'intérêt sur les cartographies du magnésium et du fer. Les zones contenant de la matière autre que l'aérogel sont ainsi aisément repérées. Il est alors possible de quantifier les spectres correspondant à ces zones et de placer les compositions dans un diagramme ternaire Fe-Mg-S. En fonction des conditions d'acquisition, il faut choisir un nombre suffisant de pixels pour pouvoir quantifier avec une erreur statistique acceptable. En utilisant une fenêtre de 400 x 400 nm, chaque composition représente alors un volume analysé d'environ $1.5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^{-3}$. Les quantifications présentant moins de 6% atomique de matériau autre que SiO_2 ont été écartées. Les erreurs sur les éléments majeurs Fe, S et Mg sont au maximum de 12% mais dans la plupart des analyses, inférieures à 7%. Chaque partie d'échantillon a été analysée.

Le résultat de ces extractions de composition est présenté sur la figure 3.29 pour les quatre grains sur des surfaces de 400 x 400 nm prises aléatoirement. Pour les quatre échantillons, les compositions sont alignées le long d'une droite de mélange entre le pôle magnésien et une composition proche de Fe-S. Cette droite est identique à celle dessinée par les compositions moyennes des quatre grains étudiés. Ceci indique que le rapport S/Fe est constant sur l'ensemble des échantillons et non seulement en moyenne. La valeur du rapport S/Fe de chaque échantillon est présenté dans la table 3.7. Le taux de soufre est élevé et représente environ 1,5 fois la composition CI. Les compositions sont très variables en termes de rapports $\text{Mg}/(\text{Fe}+\text{Mg})$. Ceci apparaît normal car au vu des hétérogénéités des cartes de répartition.

Il est intéressant de tracer les distributions de composition de manière identique à ce qui vient d'être présenté mais en ajoutant le paramètre du pourcentage de matière cométaire (de matière autre que l'aérogel) contenu dans chaque analyse, dans chaque fenêtre sondée (Fig. 3.30). Le calcul du pourcentage de matière cométaire sera présenté dans la section suivante 3.2.3.3. Il s'avère que plus les compositions sont proches des pôles, plus elles représentent un fort taux de matière cométaire. Ceci suggère donc qu'il y aurait de petites zones plus denses donc moins imprégnées ayant des compositions riches en magnésium d'une part et riche en sulfure de fer d'autre part. Ceci est en accord avec la présence de petits grains fantômes dans la matrice vitreuse.

La figure 3.31 représente les compositions du grain 49 lorsque l'on prend en compte les erreurs de quantification. Il est courant en analyse EDX d'assimiler le pic à une gaussienne, les erreurs étant estimées par son élargissement afin de calculer l'écart type à partir du nombre de coups pour l'élément considéré. On en déduit alors l'erreur sur la quantification en pourcentage massique

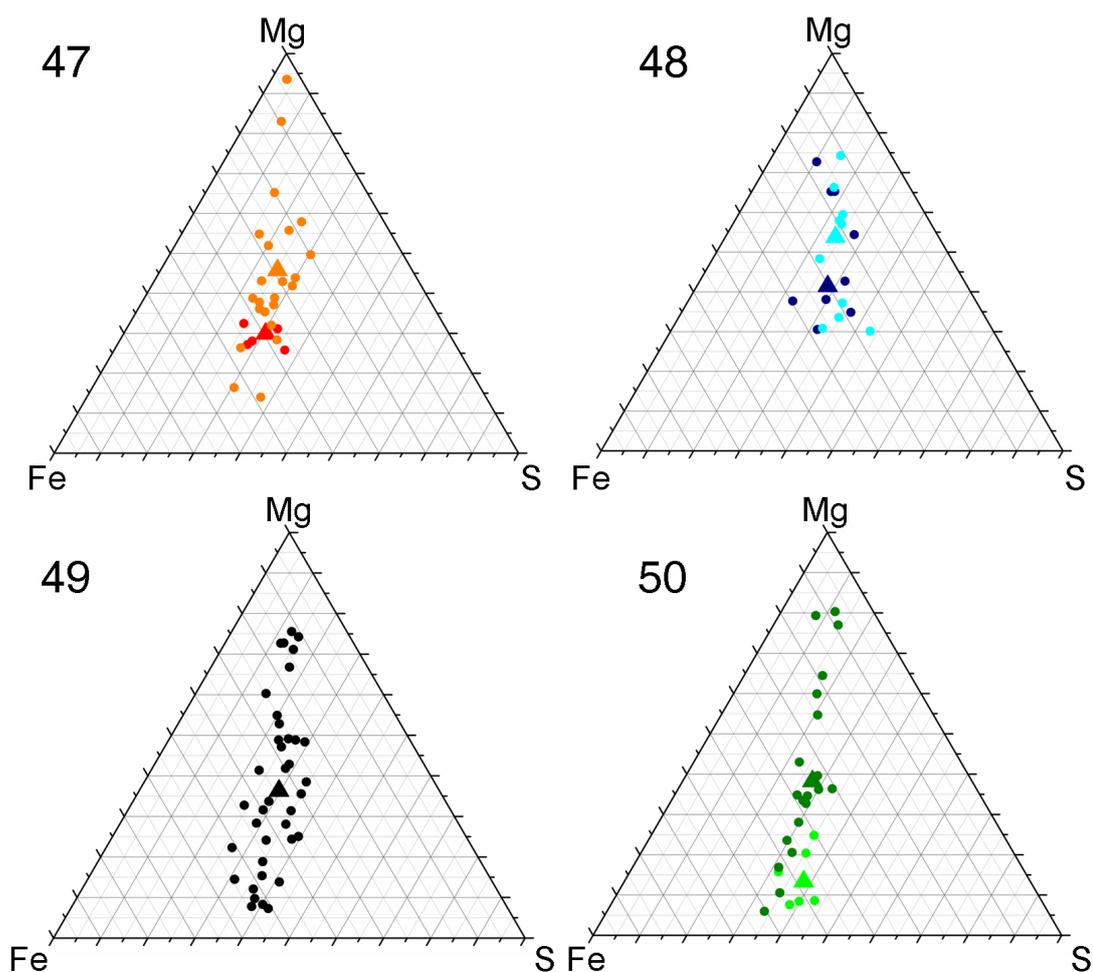


FIGURE 3.29 – Diagrammes ternaires Fe-Mg-S représentant la distribution des compositions en pourcentage atomique des quatre échantillons 47, 48, 49 et 50. Chaque composition est mesurée à partir d’acquisitions en spectre image. Les volumes analysés sont d’environ $1.5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3$. Les triangles représentent les compositions moyennes, déjà présentées sur la figure 3.28.

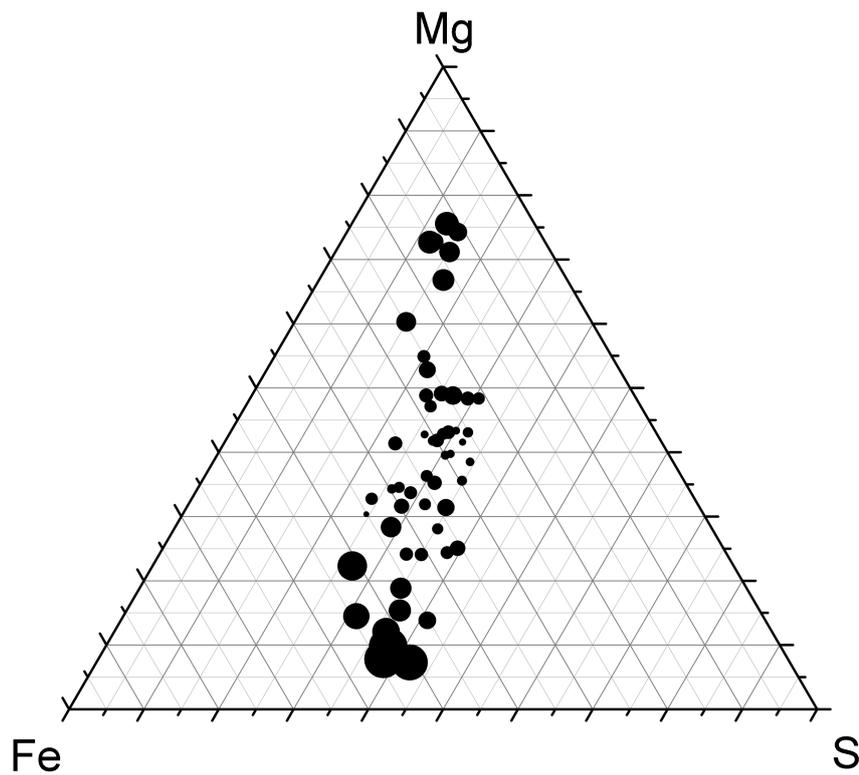


FIGURE 3.30 – Représentation des compositions en pourcentage atomique du grain vitrifié C2092-2-80-49 dans le diagramme ternaire Fe-Mg-S. Les données de compositions sont les mêmes que celles de la figure 3.29. À cette représentation est ajouté le pourcentage de matière cométaire contenue dans chaque fenêtre d'analyse. Il est représenté de manière proportionnelle au diamètre de points. Plus les compositions sont proches des pôles, plus les analyses contiennent de la matière cométaire, relativement au SiO_2 .

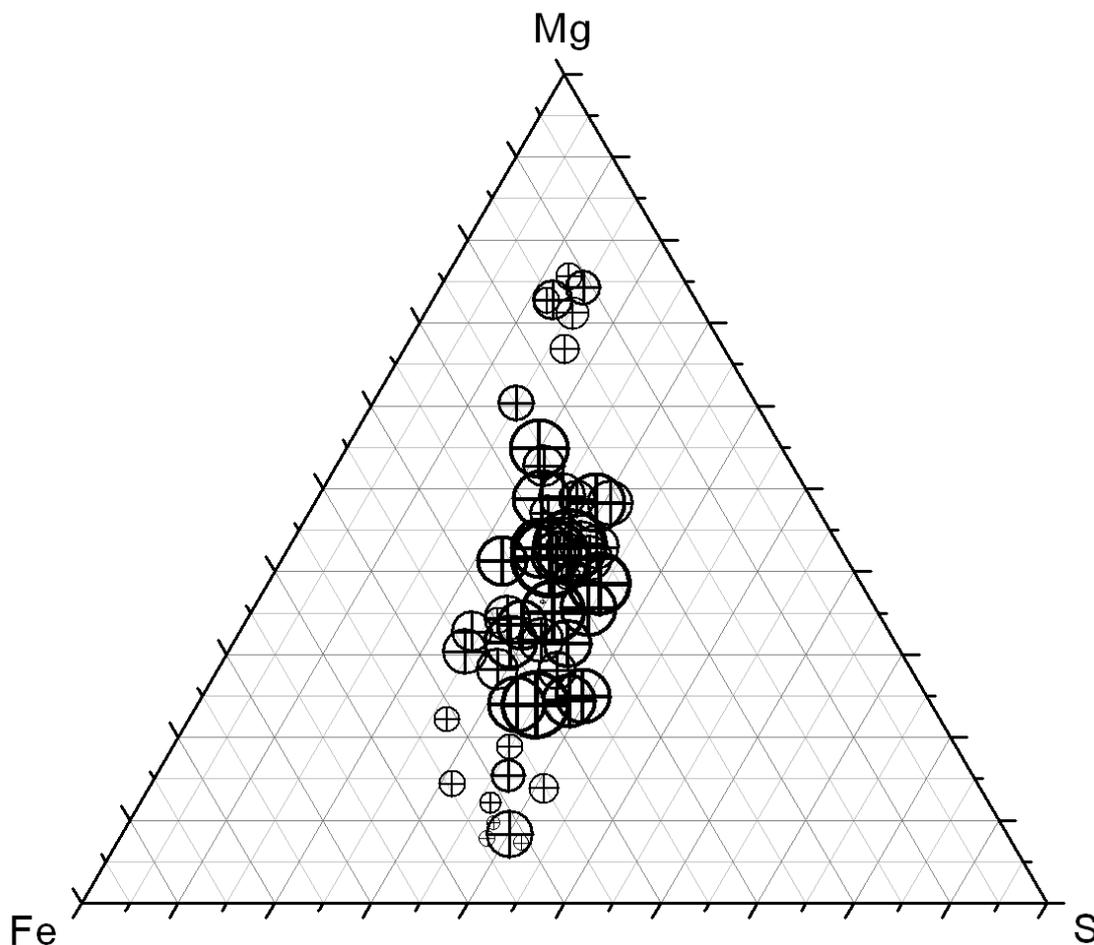


FIGURE 3.31 – Représentation des incertitudes de mesure du relevé de composition de l'échantillon 49 dans le diagramme Fe-Mg-S. Chaque disque représente la zone d'erreur sur la mesure du point central. Il est intéressant de remarquer que les incertitudes les plus faibles sont associées aux compositions riches en magnésium ou fer-soufre.

et donc les encadrements de composition pour chaque élément. Nous avons alors recalculé les encadrements puis les erreurs en pourcentage atomique et représenté celles-ci par des cercles. Le diamètre de chaque cercle est celui de l'incertitude la plus importante des trois éléments. Les compositions les plus riches en magnésium ou fer-soufre présentent des intervalles d'incertitude les plus faibles. Ils correspondent généralement à des zones riches en matière cométaire ce qui augmente le signal sur le détecteur et réduit l'erreur de mesure. La zone centrale du diagramme serait donc principalement constituée de zones moins riches, de plus petits grains mélangés et dilués tandis que les zones plus proches des pôles seraient plus denses en matière cométaire, ce qui est tout à fait cohérent avec les observations issues de la représentation prenant en compte le taux de matière cométaire (Fig. 3.30).

La figure 3.32 représente les compositions de l'échantillon 47 obtenues en faisant varier la taille des fenêtres d'analyse. Ce type d'approche permet de visualiser les hétérogénéités de composition dans le diagramme ternaire Fe-Mg-S. Plus la taille de la zone sondée est petite, plus les compositions s'étendent le long de la droite de mélange entre le pôle magnésien et la composition proche de

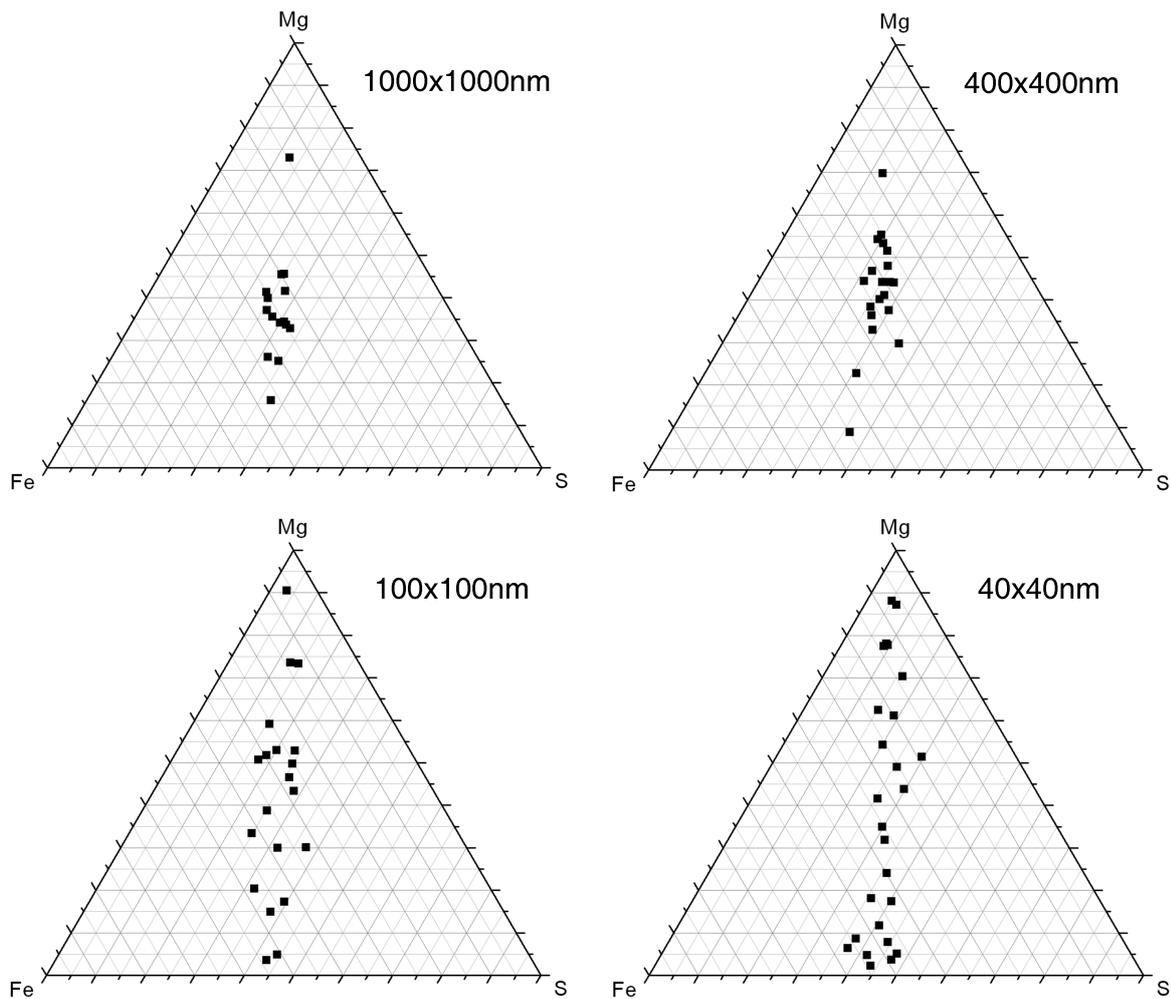


FIGURE 3.32 – Compositions en pourcentage atomique de l'échantillon 47 dans le diagramme ternaire Fe-Mg-S (a) Composition pour des aires de 1000 x 1000 nm² ; (b) Aires 400 x 400 nm² ; (c) Aires 100 x 100 nm² ; (d) 40 x 40 nm². Lorsque la surface analysée diminue, les compositions s'alignent sur la droite liant le pôle magnésien à la composition moyenne des billes. Ceci suggère un assemblage bimodale.

FeS. Ceci suggère un assemblage bimodale avec d'une part des sulfures de fer et d'autre part des compositions de type silicates riches en magnésium. La matrice seule ne contiendrait pas de fer et les billes métalliques ne contiendraient pas de magnésium.

3.2.3.3 Evaluation du taux d'imprégnation de l'aérogel

Il est intéressant d'évaluer la proportion de matière cométaire contenue dans chacun des échantillons afin de quantifier leur représentativité, leur poids statistique. Pour cela, on considère uniquement les quantités des cations majoritaires, Si, Mg, Fe et S ainsi que celle de l'oxygène. Les autres éléments ne sont pas pris en compte dans ce calcul car ils sont présents en trop faible proportion. Dans un premier temps, il faut évaluer le taux d'imprégnation des échantillons en aérogel. En effet le matériau cométaire contient lui aussi du silicium et de l'oxygène. Il faut donc

O/Si	Mg/Si	Fe/Si	S/Si
8,11	1,07	0,87	0,49

TABLE 3.8 – Rapport élémentaire par rapport à l’oxygène du silicium, magnésium, fer et soufre de la composition CI, d’après Wasson & Kallemeyn (1988).

estimer la part due à l’aérogel et celle portée par la matière cométaire. Compte tenu que les compositions moyennes sont proches de la composition de type CI pour les trois éléments Mg, Fe et S, nous allons postuler qu’il en est de même pour les éléments Si et O. La part de Si et O associé au matériau cométaire peut alors être aisément recalculée. La comparaison avec la part totale permet alors de déduire les contributions respectives de l’aérogel et de la matière cométaire. La composition CI est présentée dans la table 3.8. Le détail du calcul est présenté ci-dessous.

$$\%matière\ cométaire = \%(Mg, Fe, S) + \%Si + \%O \quad (3.1)$$

Il faut donc estimer le pourcentage de silicium et d’oxygène qui ne sont pas accessibles de façon indépendante par mesure directe, en fonction de la somme des quantités de Mg, Fe et S qui sont elles mesurables. La composition CI donne pour le silicium (Table 3.8) :

$$\%(Mg, Fe, S)/\%Si \approx 2.4 \quad (3.2)$$

Pour l’oxygène, il faut prendre en compte les associations cationiques :

- a un atome de silicium sont associés deux atomes d’oxygène.
- a un atome de magnésium est associé un atome d’oxygène.
- aux atomes de fer sont tout d’abord associés tous les atomes de soufre. Aux atomes de fer restant, il y a association d’un atome de fer pour un atome d’oxygène.

On obtient alors pour l’oxygène :

$$\%(Mg, Fe, S)/\%O = \frac{\%(Mg, Fe, S)}{2\%Si + \%Mg + \%Fe - \%S} \approx 0,7 \quad (3.3)$$

En plaçant les valeurs de pourcentage recalculé en silicium (eqn. 3.2) et oxygène (eqn. 3.3) dans l’équation 3.1, on obtient :

$$\%matière\ cométaire = \%(Mg, Fe, S) + \frac{\%(Mg, Fe, S)}{0,7} + \frac{\%(Mg, Fe, S)}{2,4} \approx 2,84 \times \%(Mg, Fe, S) \quad (3.4)$$

Pour l’échantillon 47 par exemple, la composition moyenne de la partie A (Table 3.6) donne :

$$\%(Mg, Fe, S) = 1,40 + 0,89 + 0,77 = 3,06$$

$$\%Si = \frac{\%(Mg, Fe, S)}{2,4} = \frac{3,06}{2,4} = 1,27$$

Echantillon	47	48	49	50
Volume calculé minimum (μm^3)	750	2950	450	1750
Volume calculé maximum (μm^3)	1800	8000	520	4200

TABLE 3.9 – Valeurs calculées de la taille des particules initiales.

$$\%O = \frac{\%(Mg, Fe, S)}{0,7} = \frac{3,06}{0,7} = 4,37$$

$$\%matière\ cométaire = 3,06 + 1,27 + 4,37 = 8,7\% \approx 2,84 \times \%(Mg, Fe, S)$$

Cette partie de l'échantillon 47 est donc composée d'environ 9% de matière cométaire ce qui constitue une imprégnation d'aérogel d'environ 90% (voir table 3.10 pour les autres échantillons). Il est important de garder à l'esprit que ce sont des tranches de particule qui sont caractérisées. Le taux d'imprégnation est probablement plus important sur l'extérieur des particules et sera donc variable en fonction de la position de la coupe et donc de l'échantillon.

3.2.3.4 Taille des échantillons avant leur interaction avec l'aérogel

Afin de déterminer la taille des échantillons avant leur interaction avec l'aérogel, nous faisons l'hypothèse que l'augmentation de volume d'une particule due à l'imprégnation de silice est proportionnelle au taux d'imprégnation. En multipliant le pourcentage de matière cométaire au volume de la particule imprégnée, il est possible de déduire le volume de la particule avant imprégnation. On ne s'occupe pas de la matière organique dans ce cas.

Les photographies optiques des échantillons avant leur coupe par ultramicrotomie permettent d'estimer leur volume total, avant coupe. Ils sont assimilés à des sphères de diamètre le plus grand axe afin de calculer une limite haute de leur volume. Pour obtenir la limite basse, on utilise un modèle d'ellipsoïde de grands axes a et b. Pour la 3^{ème} dimension, l'axe c, on utilise le plus petit des deux axes a ou b. Les valeurs calculées sont présentées dans la table 3.9.

Ces calculs permettent d'estimer des tailles de fragment comprises entre environ 4 et 10 μm de diamètre avant leur dilution dans l'aérogel (Table 3.10).

Echantillon	47	48	49	50
Volume d'échantillon analysé (μm^3)	3,0	1,7	5,3	0,2
Pourcentage de matériau réfractaire	13	4	11	9
Volume mini/maxi calculé de la particule avant le mélange avec l'aérogel (μm^3)	100/230	120/320	50/57	160/380
Diamètre mini/maxi calculé de la particule avant le mélange avec l'aérogel (μm)	5,8/7,6	6,1/8,5	4,6/4,8	6,7/9,0

TABLE 3.10 – Table présentant le volume mesuré des échantillons analysés au microscope, le pourcentage de matériau réfractaire calculé (moyenne pondérée à la surface dans le cas des échantillons en deux parties 47, 48 et 50), le volume de particule avant la coupe microtome et enfin la valeur calculée de la taille de particule initiale pour chaque échantillon.

3.3 Les grains du bloc d'aérogel comprimé

Les résultats obtenus sur les particules terminales ainsi que sur les particules modifiées thermiquement donnent des informations sur des grains individuels. Ils renseignent principalement sur les constituants des particules collectées et sur les effets de la collecte. Il est néanmoins difficile de reconstruire l'assemblage initial des particules et les relations entre les grains constituant la particule initiale. La quantité de matériau cométaire analysée est faible, les sept échantillons étudiés jusqu'alors ne représentant environ que 20 pg de matière cométaire.

Nous avons caractérisé des échantillons préparés en comprimant un bloc d'aérogel extrait du mur d'un bulbe. Cette préparation est décrite dans le deuxième chapitre. Elle consiste à extraire un bloc complet d'aérogel et de le compresser entre des lames de verre afin de réduire son volume et donc d'augmenter significativement le nombre de grains par unité de volume. Il n'y a pas de biais de sélection. Les objectifs de la caractérisation d'échantillons ainsi préparés sont d'étudier les petits grains piégés dans les murs ainsi que d'éventuelles relations spatiales entre eux. L'étude de quatre coupes microtomes du même bloc, deux à deux successives représente un peu plus de 500 grains analysés. Ces quatre coupes ne seront pas distinguées dans la suite du mémoire, nous ne discuterons que des différents grains les constituant. Les grains sont de natures différentes : totalement, partiellement ou pas du tout préservés par la collecte. Ils représentent 60 pg de matière. En comparaison des sept particules précédentes, le rapport du nombre de grains sur la masse totale des échantillons montre que les particules sont en moyenne plus petites. Il n'y a pas de biais de sélection d'échantillons au cours de cette préparation, ce qui rend ces données particulièrement intéressantes quant à leur représentativité par rapport aux constituants de Wild2.

3.3.1 Présentation de l'échantillon et description générale

Le bloc d'aérogel est extrait de la trace n°80 de la cellule 2092 (Fig. 3.17), trace de laquelle sont aussi extraites les particules de la section précédente (C2092-2-80-47, 48, 49 et 50). La fraction majeure de matériau cométaire étant déposée dans les parois des bulbes des traces de décélération ($\approx 90\%$ dans le cas des types B d'après Ishii *et al.* (2008b)), c'est de cette zone qu'est extrait le bloc faisant l'objet de cette étude (Fig. 3.33). Le bulbe particulièrement large de la trace n°80

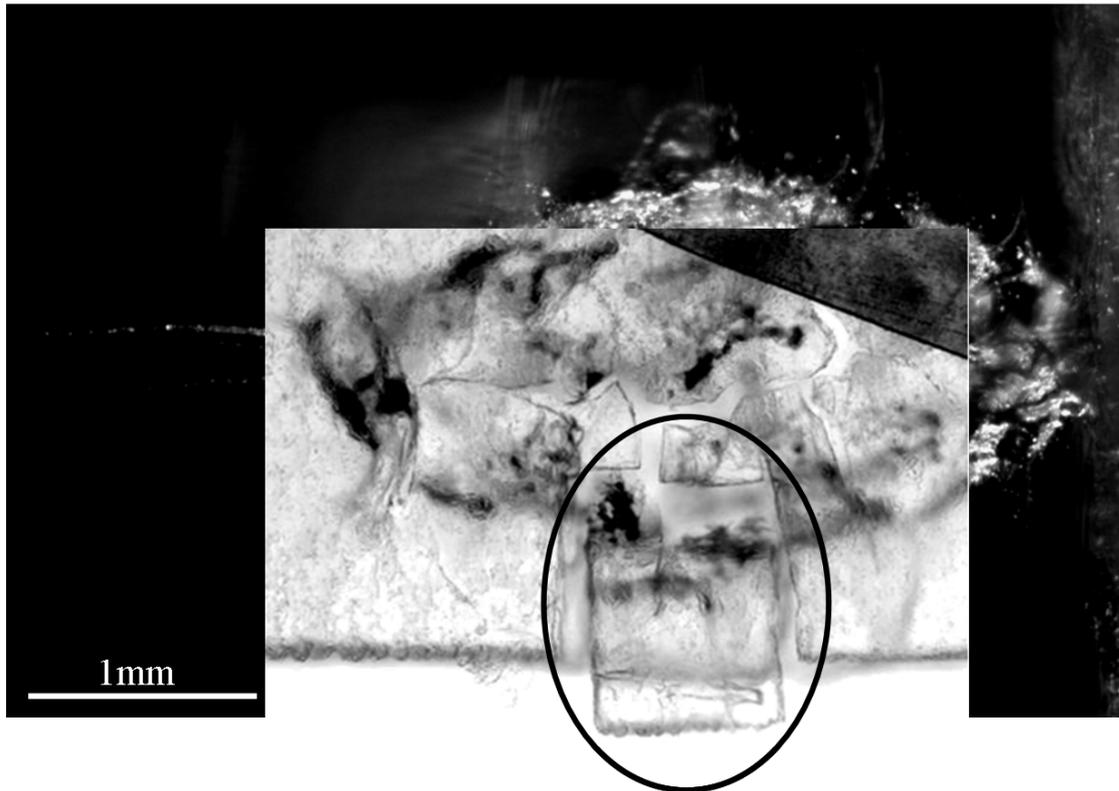


FIGURE 3.33 – Photo du bloc d'aérogel étudié en cours d'extraction de la trace n°80 après découpe.

associé aux deux petites particules terminales présage de la présence de matériau cométaire en abondance.

La figure 3.34 est une vue d'ensemble typique de ces échantillons. En champ clair, la matière cométaire apparaît en contraste sombre. Elle est très abondante. Les grains sont dispersés, ce qui diffère des particules terminales. Le premier résultat important est la coexistence de matériau ayant subi des modifications thermiques lors des réactions à haute température avec l'aérogel avec des grains cristallins comparables aux particules terminales (Fig. 3.35).

3.3.1.1 Proportion cristal/amorphe

Nous avons recensé approximativement 120 grains cristallins pour 400 grains vitrifiés. Les tailles de grain sont très variables, allant de la centaine de nanomètre à la dizaine de micromètre. Il n'apparaît pas judicieux de comparer les différents échantillons, pour extraire par exemple la proportion cristal/amorphe ou les proportions entre les différentes phases minéralogiques, en utilisant le nombre de grains de chaque catégorie. Si les grains d'une certaine catégorie sont en moyenne plus petits, cette valeur ne sera pas représentative. De même, les grains vitrifiés contiennent une contribution d'aérogel qui ne doit pas être prise en compte. Pour cela, nous avons choisi de travailler avec la quantité de matière cométaire plutôt qu'avec le nombre de grains pour pondérer chaque entité.

Pour pondérer chaque grain l'un par rapport à l'autre en fonction de la masse de matière cométaire

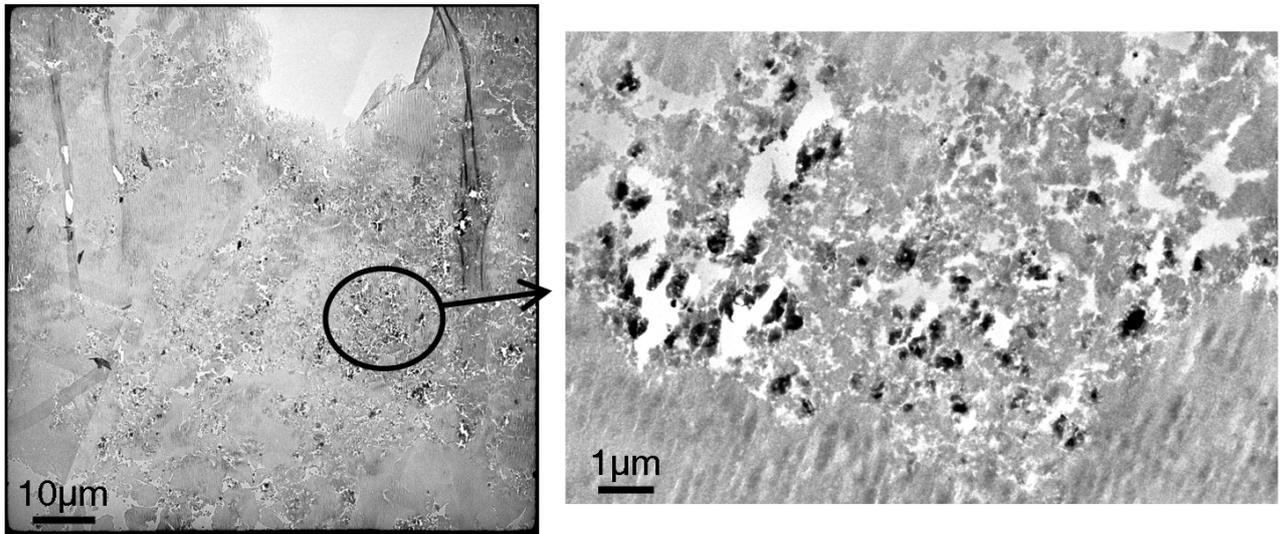


FIGURE 3.34 – Image en champ clair d'une partie de l'échantillon étudié à très faible grandissement. Il présente une très grande concentration de matériau cométaire visible en contraste sombre. Ces grains sont très dispersés. Les contrastes de diffraction montrent qu'il y a coexistence de matériau amorphe et cristallin.

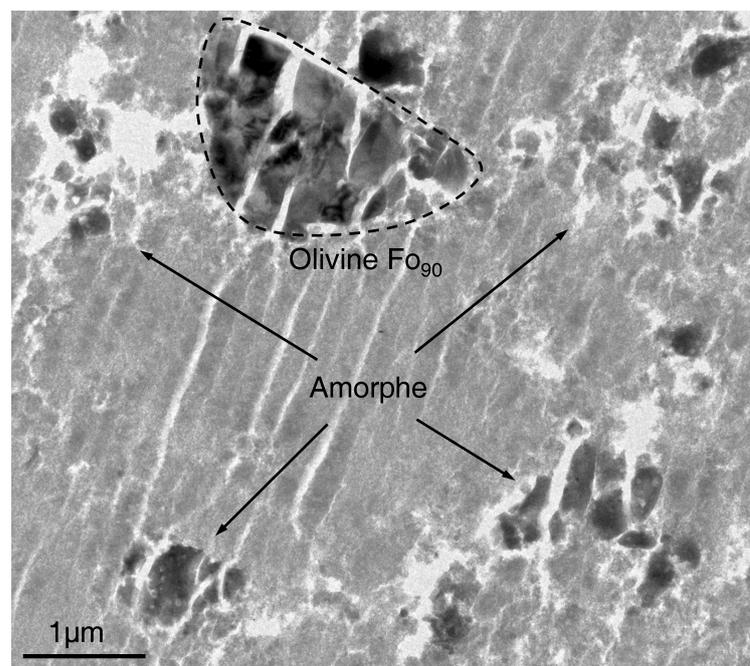


FIGURE 3.35 – Image d'une zone illustrant la coexistence entre le matériau ayant subi des interactions avec l'aérogel à haute température et les grains cristallins bien préservés.

qu'il représente, il faut connaître deux paramètres : le volume et la fraction de matériau cométaire qu'il contient (due à l'imprégnation de l'aérogel). Concernant le volume, nous utilisons la mesure directe de surface sur l'échantillon que l'on multiplie par l'épaisseur de l'échantillon, dans notre cas 100 nm (épaisseur des coupes à l'ultramicrotome). Pour la quantité de matière cométaire des grains vitrifiés, nous utilisons le même calcul que celui décrit dans la section 3.2.3.1 comparant les compositions mesurées avec la composition CI. Les matériaux cristallins sont eux constitués de 100 % de matière cométaire. Concernant les grains partiellement fondus tel que représenté sur la figure 3.45, nous les avons considérés cristallins sur toute leur surface.

Le rapport matière cristalline / matière vitrifiée vaut alors approximativement 1, ce qui est très différent de la valeur de 0,3 (=120/400) calculée en utilisant le nombre de grains. Ceci suggère que beaucoup de grains ont été vitrifiés mais ne représentent finalement que peu de matière cométaire.

3.3.1.2 Distribution des grains dans les échantillons

La distribution des grains se répartie en deux zones géographiques distinctes en fonction de la profondeur de pénétration des grains dans les murs :

- la première est proche des parois de mur. Elle est constituée d'une population dense de grains, le taux de matériau vitrifié est élevé ($\approx 70\%$) et les grains cristallins sont petits et fragmentés (de diamètre inférieur à $1\mu\text{m}$).
- la deuxième zone est plus éloignée des murs. Elle est constituée de grains plus isolés et de plus grand diamètre (supérieur à $2\mu\text{m}$). La fraction cristalline est de 85%.

On en déduit que les grains les plus gros, denses et riches en élément lourds ont pénétré plus profondément dans l'aérogel tandis que les petits et peu dense tels que les grains fragmentés ou les constituants des grains vitrifiés sont préférentiellement arrêtés. Ceci s'apparente à ce qui est observé pour les traces de décélération. En effet, les traces de type B sont constituées d'une particule terminale, dense, de grand diamètre, éloignée du bulbe. Le bulbe contient lui beaucoup de matière vitrifiée et de petits cristaux. Les échantillons de bloc de mur écrasé illustrent le même tri de matière à plus petite échelle.

3.3.2 Les grains modifiés par la collecte

3.3.2.1 Description

Approximativement 400 grains montrant des signes évidents d'interaction avec l'aérogel durant la collecte ont été caractérisés. Leurs tailles sont très variables et s'étendent de quelques dizaines de nanomètres à une dizaine de micromètres de diamètre. La taille moyenne est de $1,6\mu\text{m}$ de diamètre. D'un point de vue microstructural, ils sont identiques aux échantillons vitrifiés caractérisés dans la section précédente (section : 3.2). Il s'agit d'une matrice amorphe riche en silice contenant de nombreuses inclusions Fe-Ni-S ainsi que des cavités (Fig. 3.36). Les grains les plus petits apparaissent difficilement car ils sont noyés dans l'aérogel fondu et compressé (Fig. 3.37a). Certaines microstructures suggèrent des conditions de température très élevée de part la présence d'un grand nombre de bulles de grand diamètre (Fig. 3.37b).

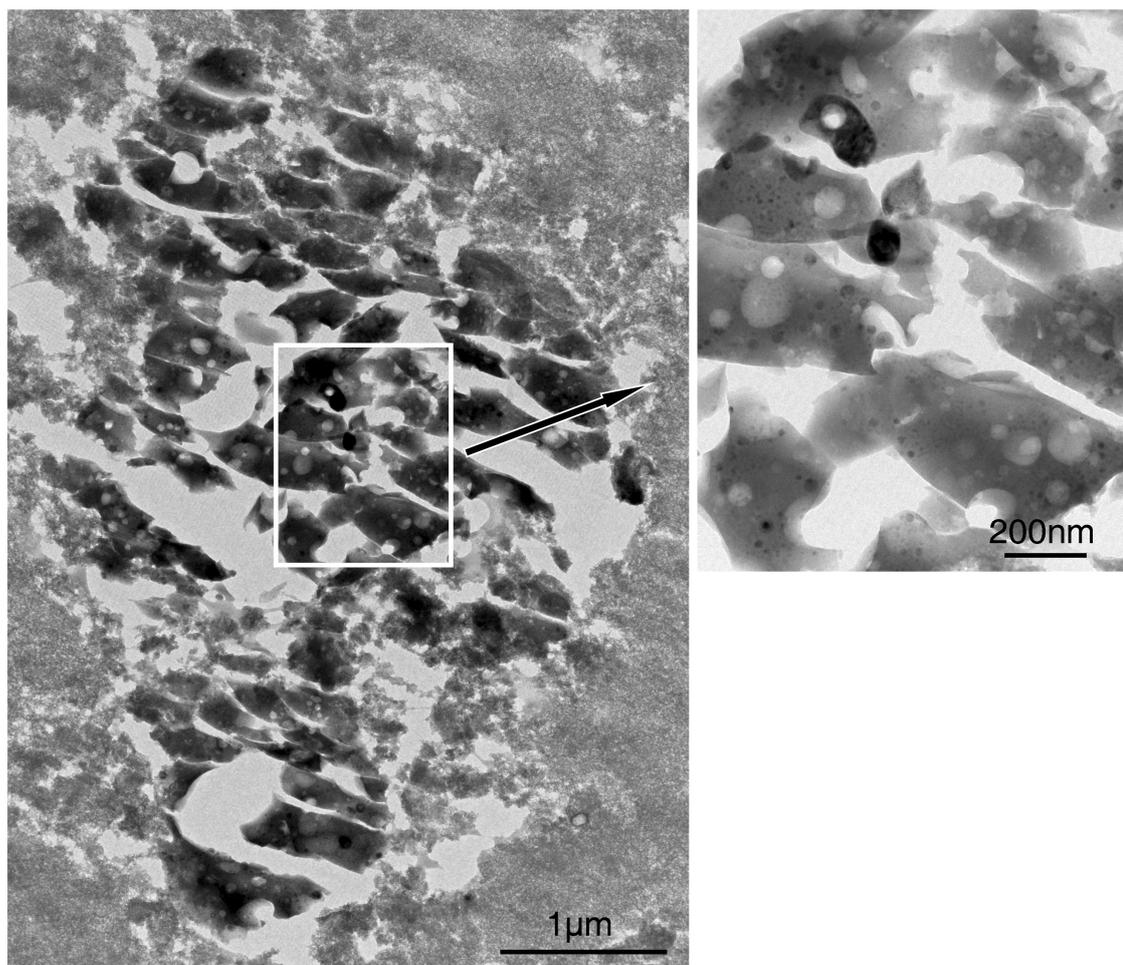


FIGURE 3.36 – Images en champ clair (a) d'un grain vitrifié ; (b) agrandissement montrant la présence de billes et cavités dans la matrice vitreuse. Cette microstructure est semblable à celle décrite pour les échantillons C2092-2-80-47, 48, 49 et 50 de la section 3.2.

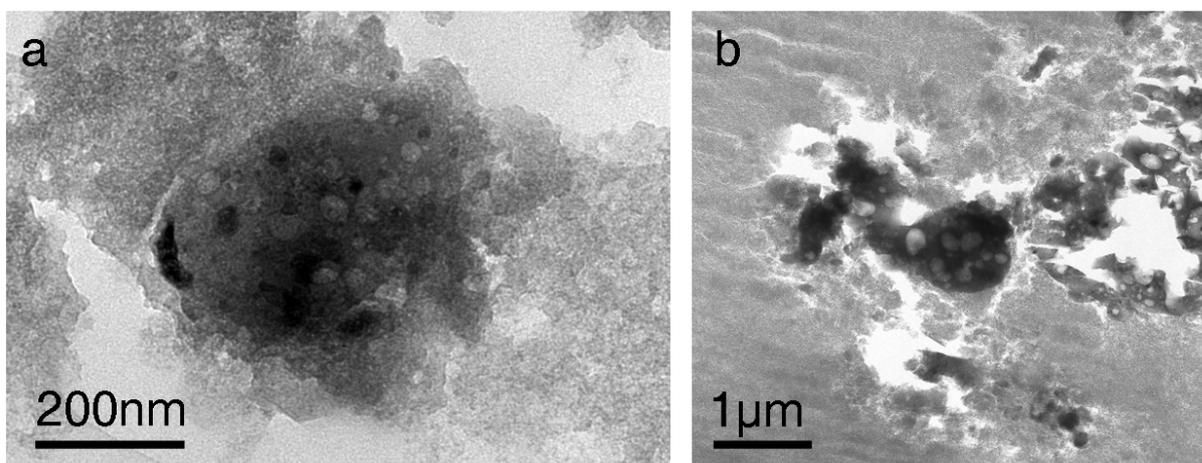


FIGURE 3.37 – Images en champ clair : (a) fragment amorphe très dilué dans l'aérogel. L'analyse de sa composition en devient très difficile ; (b) grain amorphe présentant un grand nombre de bulles suggérant un dégazage important durant un événement à haute température.

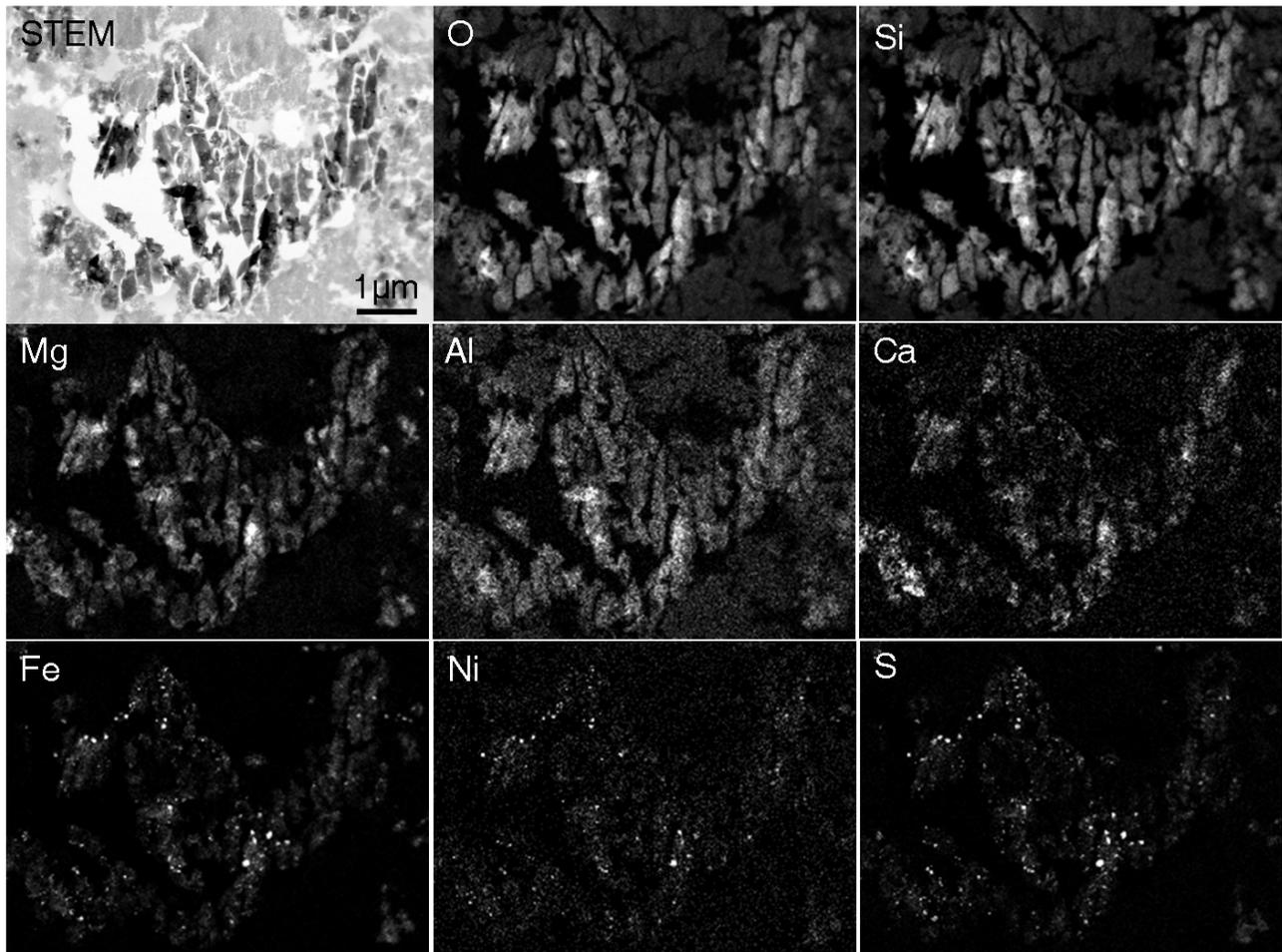


FIGURE 3.38 – Carte de répartition des éléments d'un grain amorphe provenant de la préparation par aérogel compressé. On note la présence de magnésium de manière très hétérogène, sous forme de petites poches et en association avec les zones contenant du fer. Le fer nickel et soufre sont associés dans les billes.

3.3.2.2 Composition chimique

La composition chimique de ces grains est semblable à ce qui est décrit pour les échantillons C2092-2-80-47, 48, 49 et 50 (section 3.2). Comme le montrent les cartes de distribution élémentaire sur la figure 3.38 d'un des grains étudiés, ils sont constitués d'une matrice amorphe riche en silice dans laquelle sont incluses des billes métalliques Fe-Ni-S. Le magnésium est présent de manière hétérogène sous forme de petites poches locales et ou en plus faible concentration lorsqu'il est associé aux zones contenant des billes métalliques Fe-Ni-S. Des poches d'aluminium et de calcium sont parfois observées.

L'extraction des compositions depuis ces cartes de répartition (prise de manière aléatoire sur des surfaces de 400 x 400 nm) montre de nouveau une répartition le long de droites de mélange entre le pôle magnésien et la composition moyenne des billes Fe-Ni-S (Fig. 3.39). Toutefois, l'inclinaison des droites varie d'un grain à l'autre, traduisant ainsi des proportions de soufre différentes. Les droites traduisent toujours le fait que le soufre est associé au fer. De manière générale la concentration moyenne de soufre est inférieure à celle des grains C2092-2-80-47, 48, 49 et 50. Les grains de faible

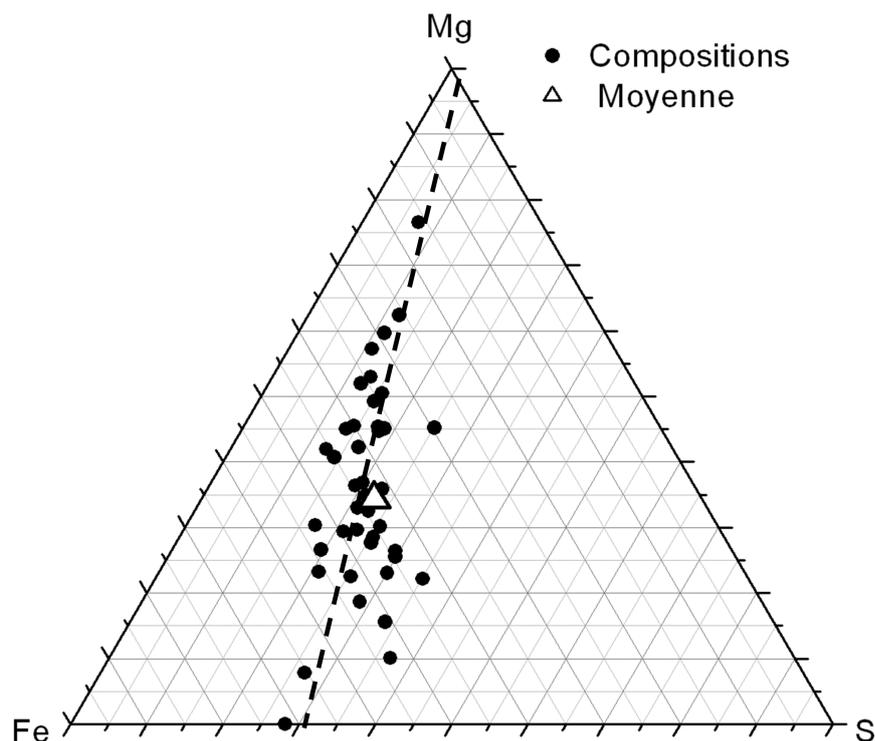


FIGURE 3.39 – Distribution des compositions en pourcentage atomique dans un grain amorphe de l'échantillon du bloc d'aérogel écrasé dans le diagramme ternaire Fe-Mg-S (grain vitrifié présenté sur la figure 3.38). Les compositions sont extraites à partir d'une carte de type spectre-image. Les surfaces d'acquisition de spectres sont de 400x400 nm. Les compositions sont dispersées le long d'une droite de mélange liant le pôle magnésien à la composition moyenne des billes métalliques. Le rapport Fe/S est approximativement constant. La teneur en soufre est plus faible que celle constatée pour les échantillons C2092-2-80-47, 48 , 49 et 50.

surface présentent quant à eux une plus faible dispersion de composition.

Composition moyenne : La présence de nombreux grains permet d'augmenter les statistiques sur la mesure de la composition moyenne de grains vitrifiés. Chaque grain présentant une quantité de matériau cométaire (réfractaire) supérieure à 0.5 % atomique est représenté dans le diagramme ternaire Fe-Mg-S (Fig. 3.40). Dans ce cas, les compositions ont été relevées en acquisition directe au microscope et non par extraction sur une carte de type spectre-image.

Les compositions s'étendent du pôle magnésien au pôle fer et au pôle soufre en passant par la composition CI. Ce sont donc au moins trois constituants de nature différente qui composent ces grains dans des proportions variables. Le taux de soufre est de manière générale plus faible que ce qui était observé pour les échantillons C2092-2-80-47, 48, 49 et 50.

La composition moyenne des grains vitrifiés est calculée en utilisant une méthode de pondération. Chaque grain a une taille différente et ne contient pas le même pourcentage de matière cométaire. La pondération utilisée ici prend en compte ces deux facteurs. La composition moyenne des grains thermiquement modifiés est proche de la composition CI (Fig. 3.40).

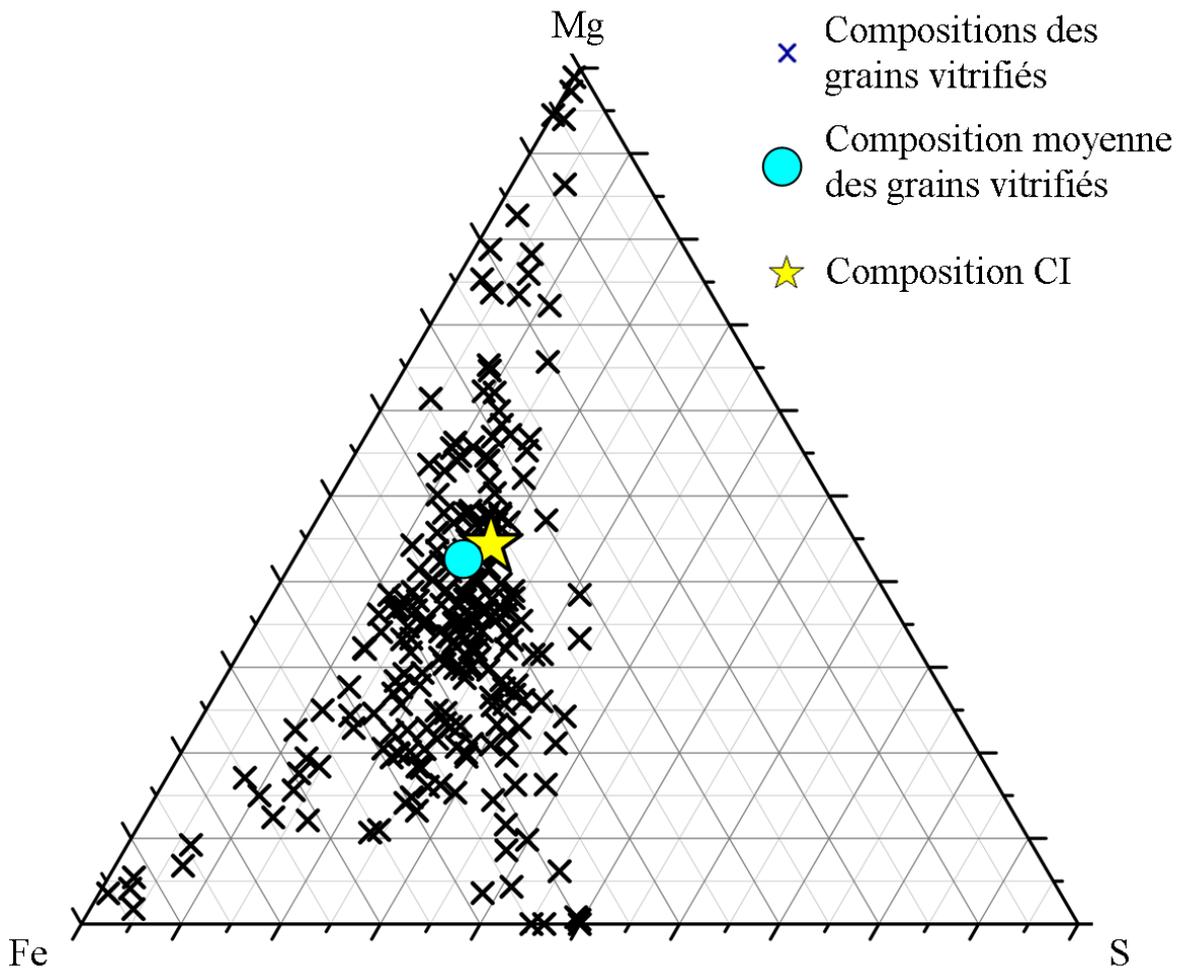


FIGURE 3.40 – Représentation des compositions moyennes en pourcentage atomique de chaque grain vitrifié présentant un taux de matière cométaire supérieur à 0.5% atomique. On note une forte dispersion des compositions mais tout de même alignées sur une quasi droite reliant le pôle magnésien aux pôles fer et fer soufre. La composition moyenne pondérée est représentée par le disque et la composition CI par l'étoile. Les croix représentent les compositions sans distinction particulière sur les propriétés (taille et pourcentage de matière cométaire) des grains analysés.

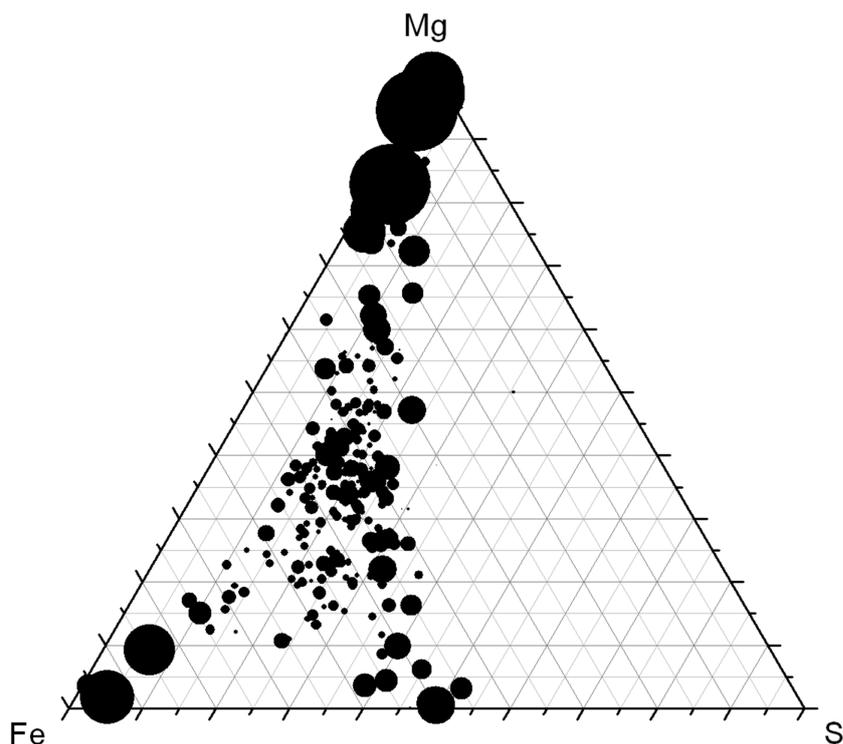


FIGURE 3.41 – Représentation des compositions moyennes en pourcentage atomique des échantillons vitrifiés du bloc d'aérogel compressé de la trace de décélération n°80. Le diamètre des points est proportionnel au pourcentage de matière cométaire contenue dans le grain en question. Les grains proches des pôles Mg, Fe et FeS présentent une quantité de matière beaucoup plus élevée que les autres.

Une autre représentation reportée en figure 3.41 prend en compte le pourcentage de matière cométaire. La taille de l'échantillon n'est pas considérée dans un premier temps. Les grains proches des pôles Mg, Fe et FeS présentent une quantité de matière beaucoup plus élevée que les autres.

Relation taille de grain - composition : La figure 3.42 représente les compositions de trois groupes de grains classés par taille dans des diagrammes ternaires Fe-Mg-S. Le premier groupe correspond aux grains de taille inférieure à $0,25 \mu\text{m}^2$, le second à ceux ayant une taille comprise entre $0,25$ et $1 \mu\text{m}^2$ et le troisième ceux ayant une surface supérieure à $1 \mu\text{m}^2$. Le diamètre des points est proportionnel au pourcentage de matière cométaire contenu dans le grain considéré. La comparaison de ces trois diagrammes illustre tout comme la figure 3.41 que les grains les plus riches en matière cométaire sont proches des pôles Mg, Fe et FeS. La figure 3.42 ajoute la notion de taille qui montre que ce sont les compositions des petits grains qui sont très dispersées et proche des trois pôles. Leur taux de matière cométaire est généralement plus élevé que pour les plus grands grains. L'imprégnation de silice est plus faible. Ces petits grains s'apparentent aux grains fantômes évoquées précédemment. Les grains les plus grands du deuxième et troisième groupe (toujours de la figure 3.42) ne sont pas nécessairement ceux contenant le plus de matière cométaire, ils sont d'avantage dilués. Leurs compositions se resserrent vers la composition moyenne, c'est à dire vers

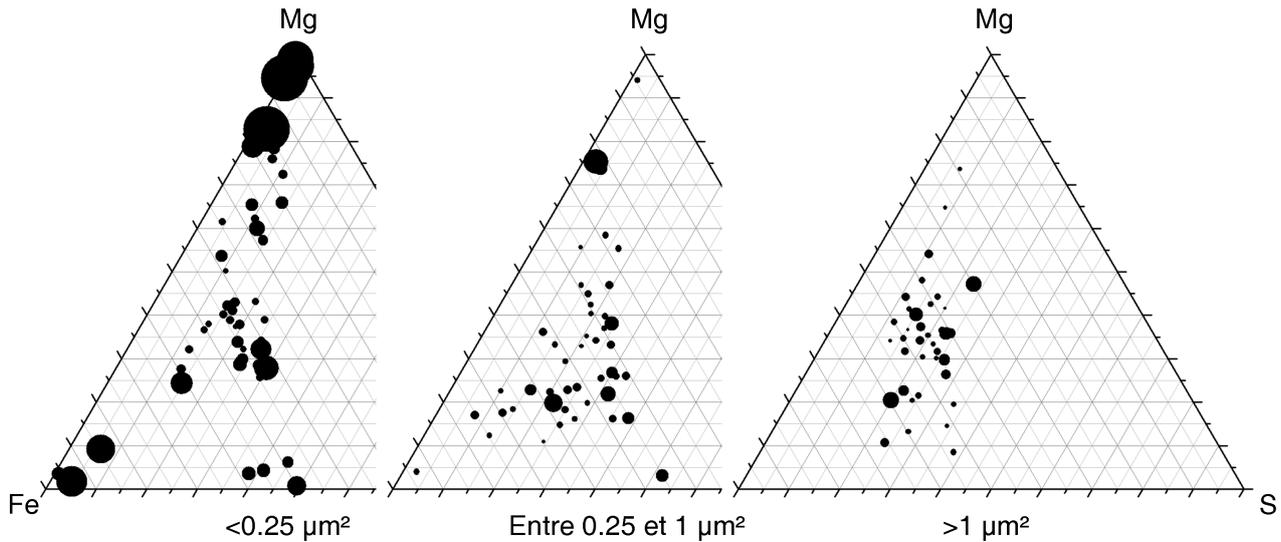


FIGURE 3.42 – Représentation des compositions en pourcentage atomique des grains amorphes en fonction de leur surface. Le premier contient les grains de taille inférieure à $0,25 \mu\text{m}^2$, le deuxième, les grains de $0,25$ à $1 \mu\text{m}^2$ et le dernier ceux ayant une taille supérieure à $1 \mu\text{m}^2$. Le diamètre des points est fonction de la proportion de matière cométaire contenu dans le grain considéré. Les petits grains ont des compositions proches des pôles purs et sont généralement plus denses (moins d'imprégnation). Plus les échantillons sont grands, plus leur composition converge vers la moyenne et plus la proportion de matière cométaire diminue. Les grains présentent un minimum de $0,5 \%$ de matière réfractaire.

la composition CI. Il n'y a plus de compositions extrêmes, proches des pôles purs. Ces grands grains vitrifiés sont faits d'un assemblage de grains de la composition des pôles purs.

3.3.2.3 Incertitudes de mesure

Chaque composition présente une erreur de mesure différente : plus la quantité de matière est faible, plus l'erreur de mesure est grande. Or ce sont les fortes proportions de matière sur de grandes surfaces qui influent principalement sur la moyenne. On pondère donc l'erreur sur une mesure par la surface et la quantité de matière afin de déduire l'erreur commise sur la valeur moyenne. Un échantillonnage d'incertitudes typiques sur les mesures ainsi que l'incertitude sur la valeur moyenne sont représentées sur la figure 3.43. Les erreurs commises sur les mesure de composition, y compris pour les grains présentant peu de matière cométaire sont très acceptables. L'incertitude sur la moyenne est quant à elle faible (majorée à $\frac{\delta Fe}{Fe} = \frac{\delta Mg}{Mg} = \frac{\delta S}{S} = \pm 0,032$), ce qui témoigne de la bonne représentativité de cette valeur.

3.3.3 Les grains cristallins

Ils sont environ au nombre de 120, leur taille est variable et s'étend d'une dizaine de nanomètres à environ $3 \mu\text{m}$ de diamètre avec pour moyenne $1,1 \mu\text{m}$. Les plus grands ont une structure comparable aux particules terminales (section 3.1) :

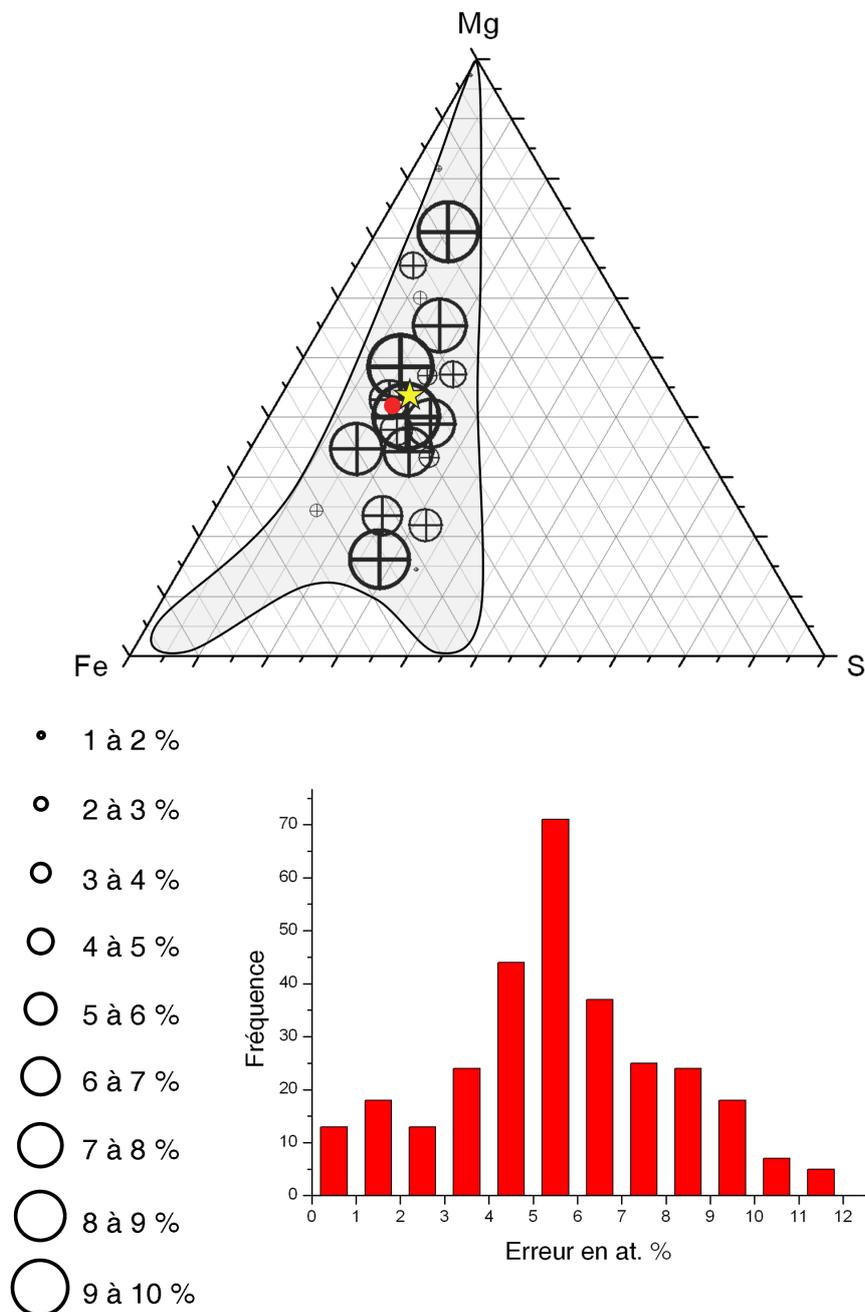


FIGURE 3.43 – Représentation des erreurs de mesure sur les compositions moyennes des échantillons amorphes. Deux compositions par tranche de 1% d'erreur sont représentées afin de visualiser leur impacte. L'histogramme représente la fréquence des erreurs en fonction de leur valeur. Enfin sur le ternaire est représentée la zone représentant l'ensemble des points en incluant leur erreur statistique. On remarque qu'elle n'est pas beaucoup plus large que celle déduite sans les erreurs présentée sur la figure 3.40. Le disque rouge représente la composition moyenne des échantillons, erreur de mesure comprise. L'étoile représente la composition CI.

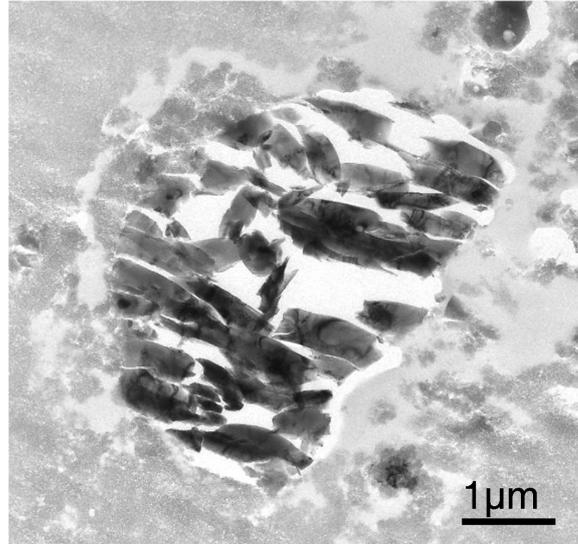


FIGURE 3.44 – Image en champ clair d'un grain cristallin d'olivine Fo₄₇. L'aspect lamellaire est dû à la coupe. Ce grain est arrondi dû à l'abrasion dans l'aérogel lors de la décélération.

- ils sont arrondis (Fig. 3.44). Ceci est probablement dû à l'érosion lors du frottement avec l'aérogel durant la décélération.
- ils sont généralement constitués de lamelles quasiment parallèles induites par la coupe par ultramicrotomie (Fig. 3.44).
- ils présentent fréquemment une couronne amorphe due au mélange particule/aérogel fondu, elle même entourée d'aérogel compressé (Fig. 3.45). Quelques compositions de grains et de leur couronne sont présentées dans la table 3.11. Les profils de compositions montrent que les couronnes présentent des interfaces nettes et que leur composition est constante sur l'ensemble de leur épaisseur (Fig. 3.46). Ceci traduit le fait que la composition du liquide était en équilibre thermodynamique à la température du mélange. La durée du palier haute température a permis la diffusion des cations pour atteindre cet équilibre.

Certains petits cristaux sont quant à eux anguleux (Fig. 3.47) et témoignent probablement de la fragmentation de grains plus gros lors de la collecte.

Pour l'analyse des résultats, les proportions entre les différentes phases cristallines sont pondérées, comme expliqué dans le paragraphe 3.3.1.1, cette fois uniquement en surface. Les grains cristallins sont principalement constitués de silicates (pyroxènes et olivines) et de magnétite. Un grand nombre de grains de nature différentes complètent le recensement, par exemple des spinelles titanifères, de la brownmillérite, des phosphates et autres. La composition, la microstructure ainsi que la proportion des différents grains cristallins observés sont présentées dans ces prochains paragraphes.

3.3.3.1 Les silicates

Les silicates sont majoritaires et représente 85% des phases cristallines. Ils se composent de 60% d'olivine et de 40% de pyroxène.

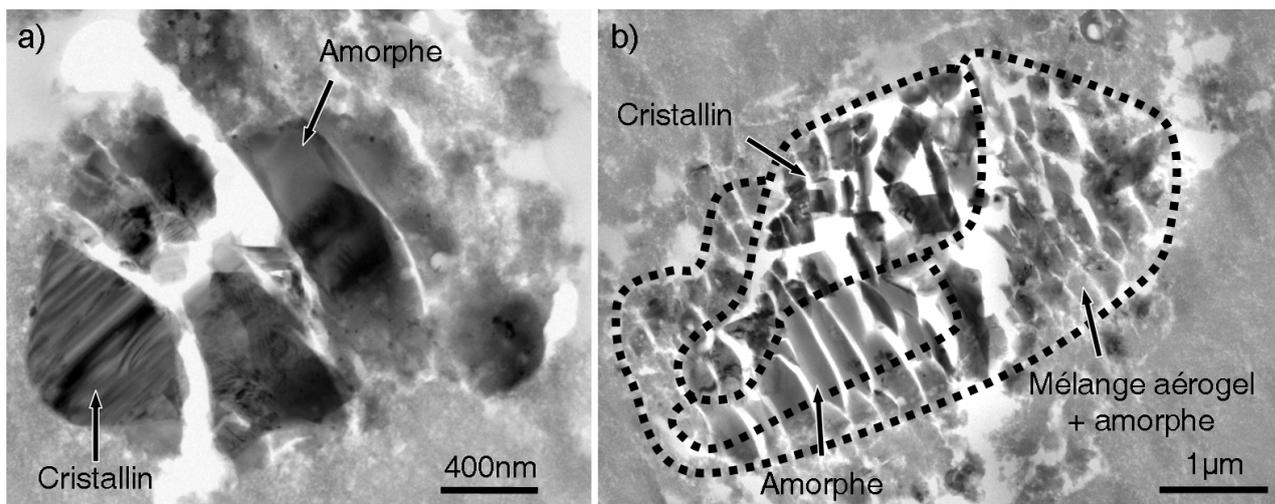


FIGURE 3.45 – Image en champ clair de grains partiellement fondus. a) Grain de pyroxène présentant des zones externes amorphe de composition enrichie en silice. b) Grain de pyroxène dont une partie cristalline est préservée au centre. Elle est entourée d'une partie amorphe sans bulle elle même entourée d'une couronne présentant de nombreuses bulles. des deux grains et de leurs couronnes sont présentées dans la table 3.11.

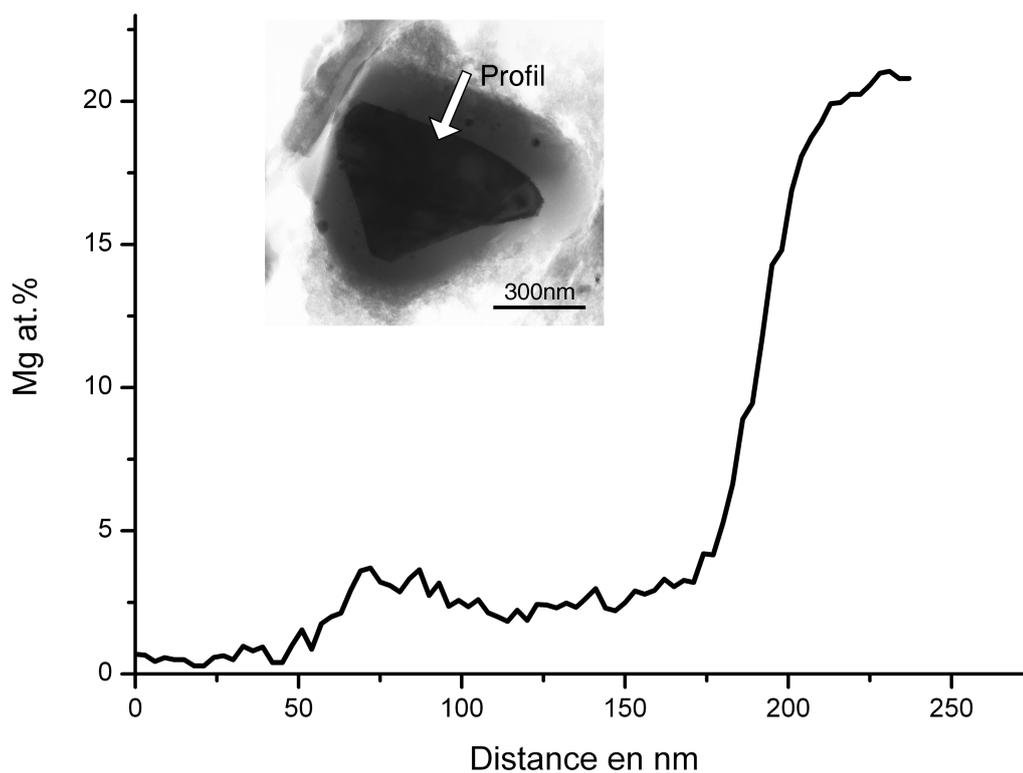


FIGURE 3.46 – Profil de composition en magnésium des interfaces cristal/amorphe et amorphe/aérogel d'une couronne amorphe autour d'un grain cristallin de forstérite. Les interfaces sont nettes et la composition de la couronne relativement constante. Ceci traduit un phénomène de fusion et mélange par diffusion des cations dans les liquides de la phase riche et de la phase pauvre en magnésium qui a pu atteindre son équilibre thermodynamique à une température donnée.

		O	Si	Mg	Fe	Al	Ca
Olivines							
Grain1 (Fig. 3.44)	cristal	57,9	13,3	12,0	13,3	0,80	0,46
	couronne amorphe	63,9	19,8	7,64	1,68	3,41	0,27
Grain2	cristal	57,3	14,6	26,7	1,43	0,02	0,02
	couronne amorphe	66,1	32,3	0,03	1,20	0,21	0,05
Grain3 (Fig. 3.45a)	cristal	56,8	13,6	27,3	2,33	0,03	0,02
	couronne amorphe	65,4	25,7	4,28	0,76	3,71	0,17
Pyroxènes							
Grain1	cristal	59,7	18,8	5,60	5,62	1,03	0,32
	couronne amorphe	65,4	30,6	0,84	2,59	0,54	0,02
Grain2	cristal	60,1	18,2	16,9	0,40	1,20	0,46
	couronne amorphe	65,4	25,9	2,89	1,33	1,01	0,28
Grain3	cristal	60,7	20,0	17,3	0,60	0,30	0,42
	couronne amorphe	63,3	24,5	9,58	0,56	0,72	0,34
Grain4 (Fig. 3.45b)	cristal	57,5	14,4	12,9	13,0	1,34	0,81
	couronne amorphe sans bulles	60,1	22,3	7,58	9,6	0,15	0,18
	couronne amorphe avec bulles	65,0	29,7	1,95	2,45	0,51	0,02

TABLE 3.11 – Composition moyenne en pourcentage atomique de grains cristallins et de leur couronne associée. On remarque systématiquement un apport de silice dans les couronnes vitrifiées. L'excès d'aluminium dans les compositions de couronne est du à un problème de déconvolution. Une partie du grand pic de silicium est déconvolué pour l'aluminium du fait de leurs énergies d'émission très proches.

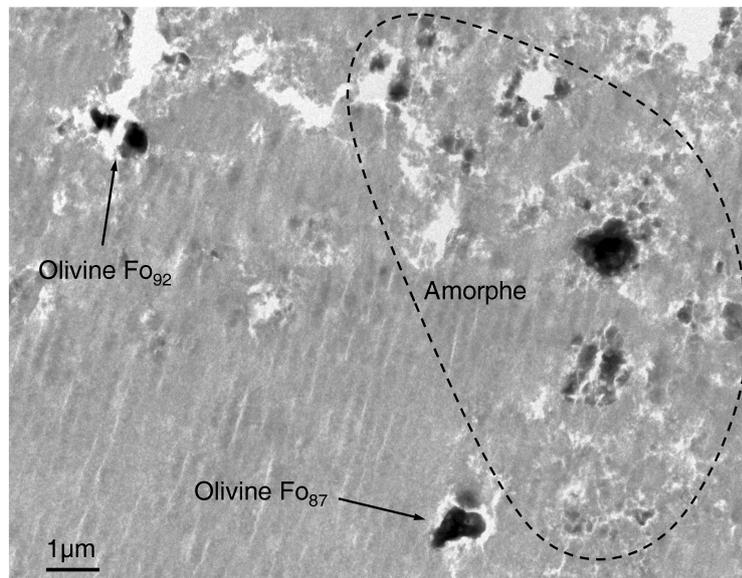


FIGURE 3.47 – Image en champ clair d'une zone contenant deux grains cristallins et d'autres vitrifiés. Les grains cristallins sont anguleux. Leur petite taille et leur microstructure cristalline suggèrent qu'ils sont le résultat de la fragmentation d'un grain de taille plus importante. Autrement ils auraient été vitrifiés.

O	Si	Mg	Fe	Al	Ca	Cr	Mn
Olivine							
57,0	14,0	22,7	6,1	0,0	0,0	0,1	0,1
57,2	14,1	22,1	5,9	0,0	0,0	0,0	0,2
57,3	14,5	26,7	1,3	0,0	0,0	0,1	0,1
Pyroxène							
59,4	19,9	19,9	0,5	0,2	0,0	0,1	0,0
60,0	19,8	14,8	5,2	0,0	0,0	0,0	0,2
59,9	19,6	14,2	5,3	0,2	0,3	0,1	0,4

TABLE 3.12 – Composition d'olivines et de pyroxènes de l'échantillon du bloc d'aérogel écrasé.

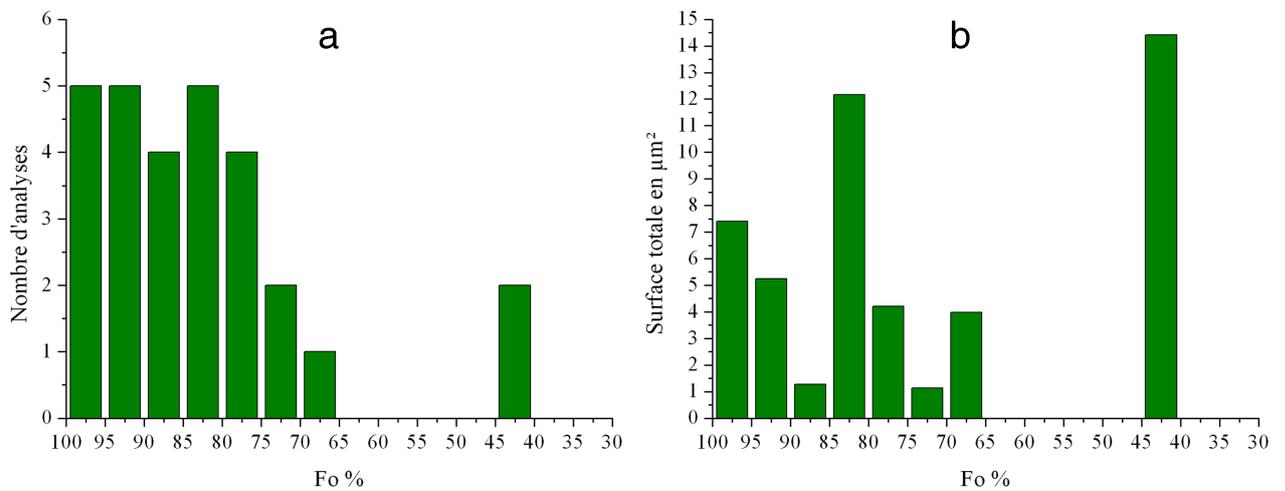


FIGURE 3.48 – Histogrammes de composition des olivines. Ces compositions sont représentées en fréquence de grain (a) et en surface totale (b). Nous remarquons que la dispersion est très différente et ceci est du à la faible statistique. Les petits grains sont majoritairement riches en magnésium. Les gros grains s'avèrent être plus riches en fer.

Composition Les compositions types des olivines et pyroxènes sont présentées dans les table 3.11 et 3.12.

Afin de visualiser les variations de compositions des silicates, deux types de représentations sont utilisés. Le premier est une représentation standard de la fréquence de grain en fonction du rapport $Mg/(Mg+Fe)$. Du fait du faible nombre de grain, une seconde représentation consiste à tracer la surface totale en fonction du rapport $Mg/(Mg+Fe)$.

Olivines : Les compositions se trouvent dans le champ Fo_{40-100} . Néanmoins, la majorité des compositions est comprise entre Fo_{75} et Fo_{100} (Fig. 3.48). Les deux représentations nous montrent une large distribution de composition. Les différences en terme de fréquence et de surface indiquent que ce sont majoritairement les petits grains qui sont riches en magnésium. Les olivines ne contiennent par ailleurs que très peu d'éléments mineurs. Les maximums relevés pour MnO , Cr_2O_3 , CaO et Al_2O_3 sont respectivement de 0,73, 0,5, 0,83 et 1,76 % massique.

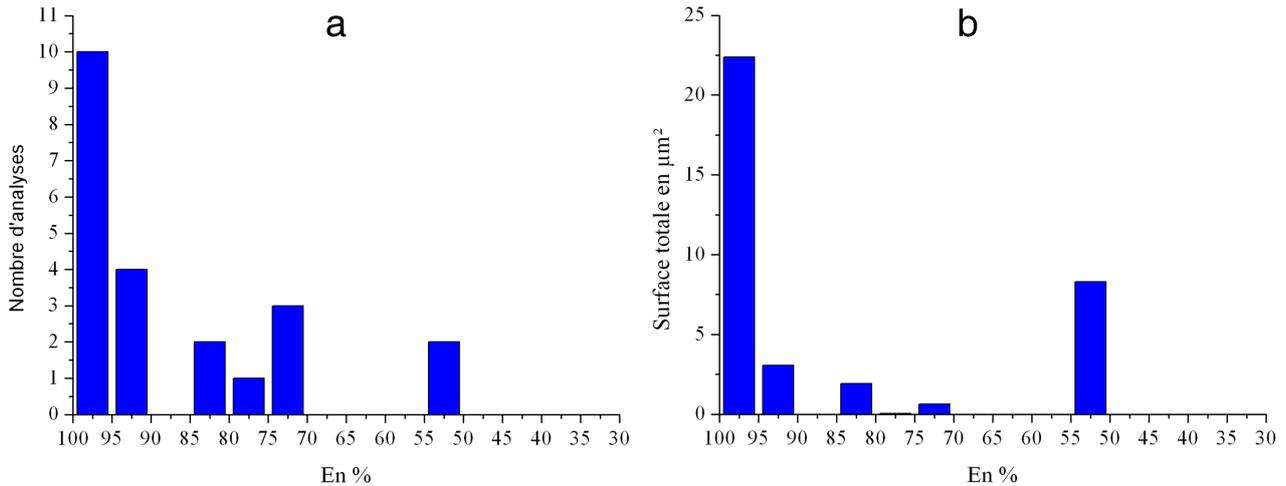


FIGURE 3.49 – Histogrammes de composition des pyroxènes en pourcentage atomique d'enstatite. Ces compositions sont représentées (a) en nombre de grain (b) en surface totale (b). La dispersion est comparable entre ces deux modes de représentation. Les pyroxènes sont principalement des petits grains riches en magnésium.

Pyroxènes : Les compositions des pyroxènes sont représentées sur la figure 3.49. Elles sont comprises dans le champ En_{50-98} . En fonction du pourcentage de fer, les phases peuvent être de l'enstatite ou de la pigeonite. Ce sont de nouveau essentiellement les petits grains qui sont riches en magnésium. Concernant les éléments mineurs, les maximums relevés pour MnO , Cr_2O_3 , CaO et Al_2O_3 sont 1.10, 1.08, 0.74 et 1.89 % massique respectivement.

Microstructure Du maillage est systématiquement observé dans les grains de pigeonite. Ce défaut présente exactement les mêmes caractéristiques que celles décrites pour la particule C2027-2-69-1 (section 3.1.2.2). Il s'agit d'un plan miroir (100). La figure 3.50a présente une image en champ clair ainsi que la diffraction associée dont les tâches dédoublées caractérisent ce défaut. L'enstatite montre quant à elle systématiquement des lamelles de clinoenstatite dans une matrice d'orthoénstatite (Fig. 3.50b). Nous pouvons remarquer sur l'exemple de la figure 3.50b la préservation du grain avec ses défauts au milieu d'une couronne fondue d'une épaisseur de 250 nm environ. Cette microstructure a été décrite pour les échantillons C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2 (section 3.1.3.2). Les olivines ne présentent, quant à elles, pas de défauts particuliers. Nous n'avons pas observé de dislocations dans ces grains mais il est toutefois possible qu'elles soient présentes en faible densité.

3.3.3.2 La magnétite (Fe_3O_4)

Une dizaine de grains de magnétite a été répertoriée. Ils représentent environ 10% des grains cristallins (en quantité massique de matière). Leur taille est comprise entre quelques centaines de nanomètres et 1.8 micromètre de diamètre. Du point de vue composition, ces magnétites ont été identifiées en analyse X et sont quasiment pures. Un spectre EDX représentatif ainsi qu'un cliché de diffraction sont présentés sur la figure 3.51. Ces grains de magnétite ne semblent pas être issus

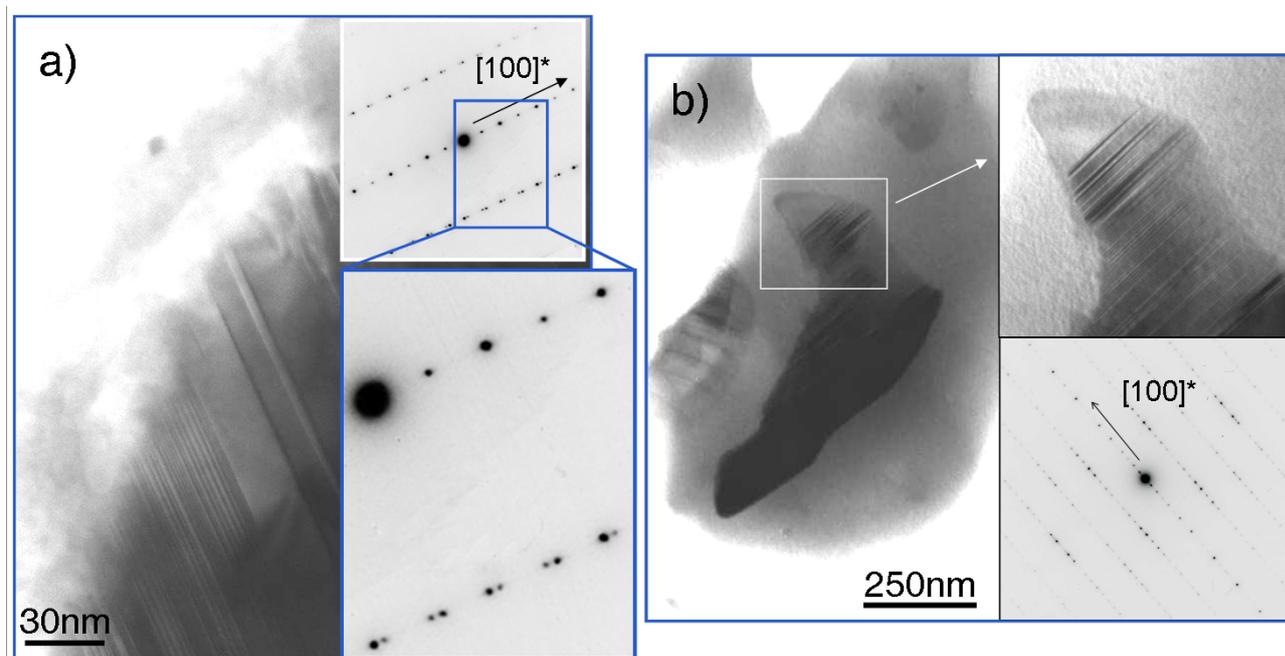


FIGURE 3.50 – a) Image en champ clair et cliché de diffraction (axe de zone [013]) d'un grain de pigeonite maclé de composition $\text{En}_{74}\text{Wo}_2\text{Fs}_{24}$. Ce défaut plan présente les mêmes caractéristiques que celles déduites de la particule terminale C2027-2-69-1, c'est à dire un plan miroir (100) (section 3.1.2.2). b) Image en champ clair et diffraction associée (axe de zone [010]) de la microstructure systématiquement observée dans les grains d'enstatite ($\text{En}_{97}\text{Wo}_1\text{Fs}_2$). Les caractéristiques sont les mêmes que pour les particules terminales C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2 (section 3.1.3.2), des lamelles de clinoenstatite dans une matrice orthoenstatite le long des plans (100).

d'une contamination de l'aérogel. L'exemple présenté sur la figure 3.52 illustre la présence d'aérogel compressé autour d'un grain de magnétite. Ceci montre que ce grain a interagi mécaniquement avec l'aérogel. Par ailleurs ces grains de magnétites sont systématiquement en étroite proximité avec d'autres grains cométaires (Fig. 3.51).

3.3.3.3 Les phases mineures

Les cinq derniers pourcent de matériau de cet échantillon sont représentés par différentes phases mineures. Ce sont en général de très petits grains, se trouvant au milieu de grains modifiés par la collecte et/ou d'autres cristaux. On trouve principalement des oxydes. Les phases sont caractérisées par EDX et diffraction électronique. Elles sont décrites ci-dessous et leurs compositions sont présentées dans la table 3.13.

- Deux grains de cristobalite ont été détectés dont un est présenté sur la figure 3.53. Celui-ci se trouve au milieu de grains de pigeonite dans une zone comprenant une forte densité de matériau ce qui montre que ce grain provient bien de Wild2. Il présente une partie amorphe probablement due à l'élévation de température pendant la collecte ou à l'amorphisation sous le faisceau car cette phase est très sensible à l'irradiation électronique.
- Un grain d'oxyde de fer-titane est recensé (Fig. 3.54). Il présente des défauts lamellaires. Le pourcentage de titane est d'environ 11 at.% (Table : 3.13). Ce grain est très épais et ne permet pas d'imager correctement sa microstructure. Un cliché de diffraction pris sur un bord un peu plus fin est constitué de la superposition de deux clichés. Il permet d'identifier deux phases différentes : la phase trigonale de l'ilménite ($FeO.TiO_2$) et la phase cubique de l'ulvöspinel ($2FeO.TiO_2$). Il s'agit, à la vue de la composition et de l'association cristallographique, de lamelles d'exsolution des couples ulvöspinel ($2FeO.TiO_2$) / magnétite ($FeO.Fe_2O_3$) et ilménite ($FeO.TiO_2$) / hématite (Fe_2O_3).
- Un grain de brownmillérite de formule structurale $Ca_2(Al, Fe)_2O_5$ a été détecté. Il présente à la fois une partie thermiquement modifiée enrichie en silice, un cristal de diamètre proche du micron et quelques petits cristaux dans une même zone. L'image, un des différents clichés de diffraction acquis ainsi qu'un spectre EDX sont présentés sur la figure 3.55 et sa composition dans la table 3.13.
- Deux grains d'apatite ($Ca_5(PO_4)_3(OH, Cl, F)$) (Fig. 3.56) ont été identifiés en EDX et diffraction. La composition chimique révèle la présence de fluor, ce qui permet de caractériser cette phase en tant que fluorapatite. Sa composition est donnée dans le table 3.13.
- Il y a peu de cristaux de sulfures de fer. Une dizaine de petits grains, dont la taille n'excède pas 100 nm de diamètre. Leur composition type figure dans la table 3.13. Ils sont toujours en relation forte avec l'aérogel et jamais isolés. Ceci suggère qu'ils sont le résultat de modifications thermiques de haute température. Ils sont comparables aux billes métalliques des échantillons fondus et mélangés avec l'aérogel lors de la collecte.
- Un petit spinelle aluminium/chrome (Fig. 3.57a) en interaction forte avec de l'aérogel fondu ainsi qu'un pyroxène alumineux (Fig. 3.57b) sont présents. Les compositions sont données dans la table 3.13.

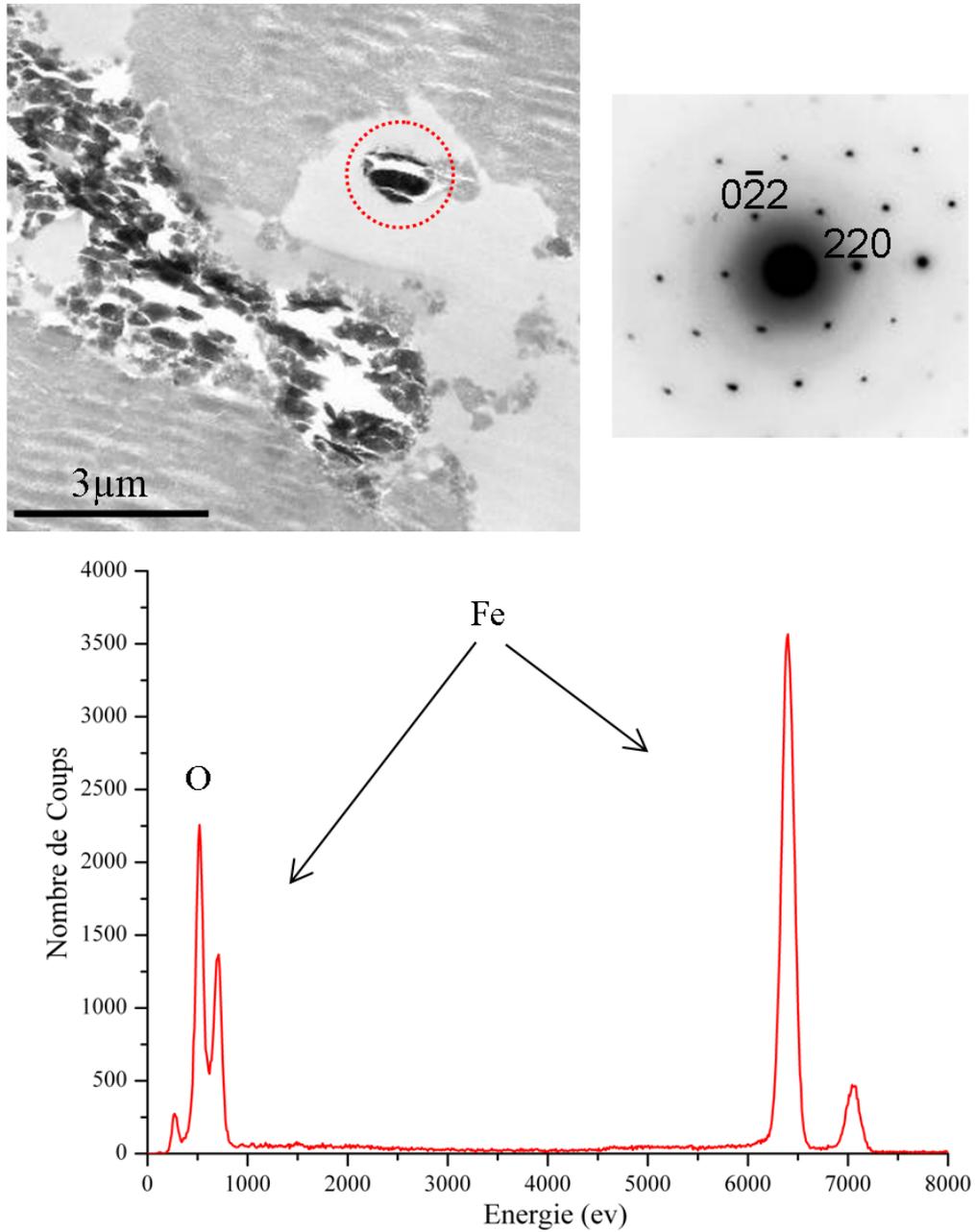


FIGURE 3.51 – Image en champ clair, cliché de diffraction (axe de zone $[1\bar{1}\bar{1}]$) et spectre EDX de magnétite. La magnétite est systématiquement observée en association locale avec d'autres grains identifiés de Wild2 comme représenté sur l'image.

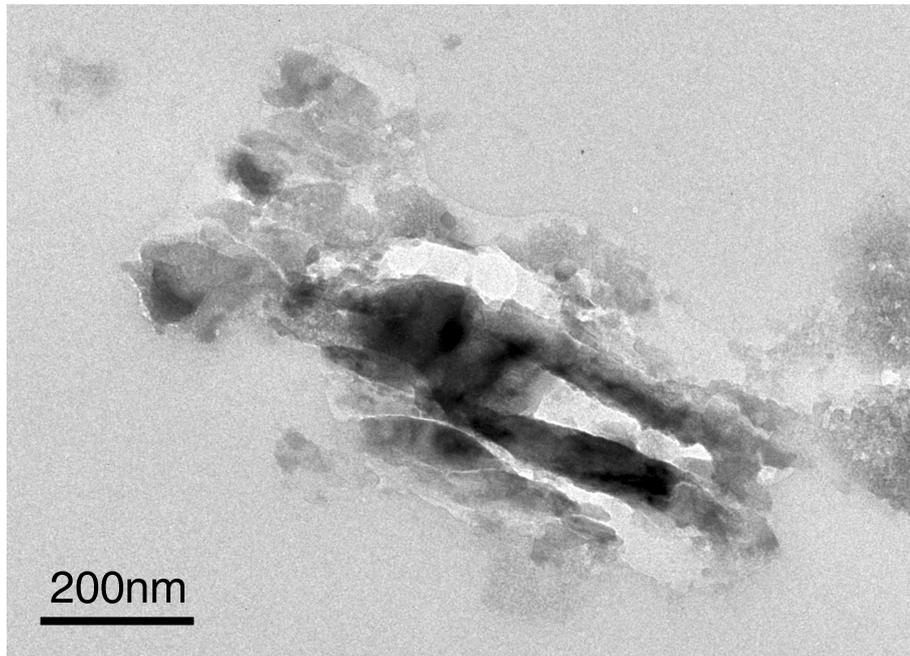


FIGURE 3.52 – Image en champ clair d'un petit grain de magnétite présentant des signes évidents d'interaction avec l'aérogel ayant eu lieu lors de la collecte.

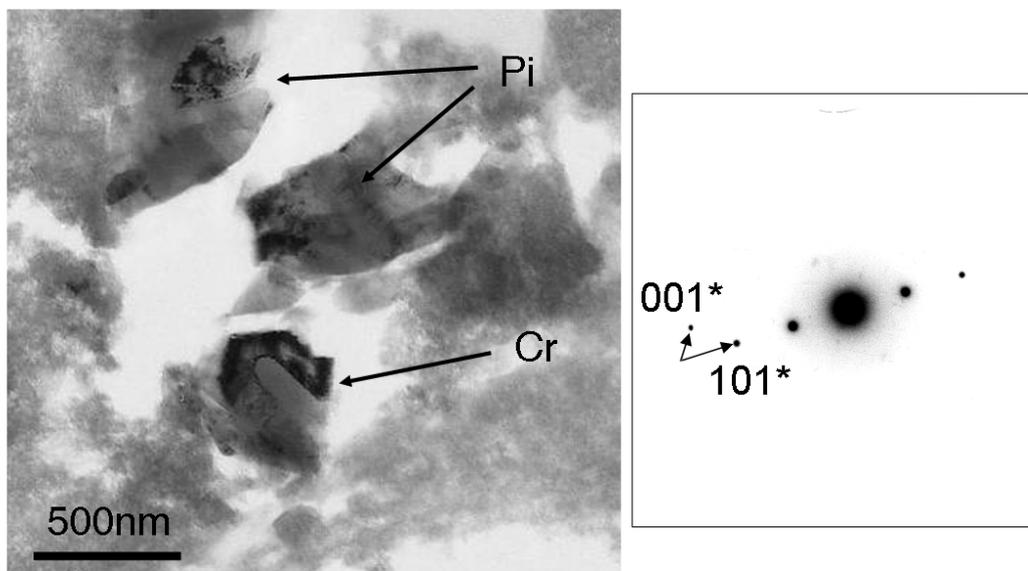


FIGURE 3.53 – Image en champ clair d'un petit grain de cristobalite (Cr) et sa diffraction associée (axe de zone [010]). Ce grain est en association très locale avec deux grains de pigeonite (Pi). On remarque une zone amorphe sur le grain qui peut être due à la fusion partielle ou à de l'amorphisation sous faisceau.

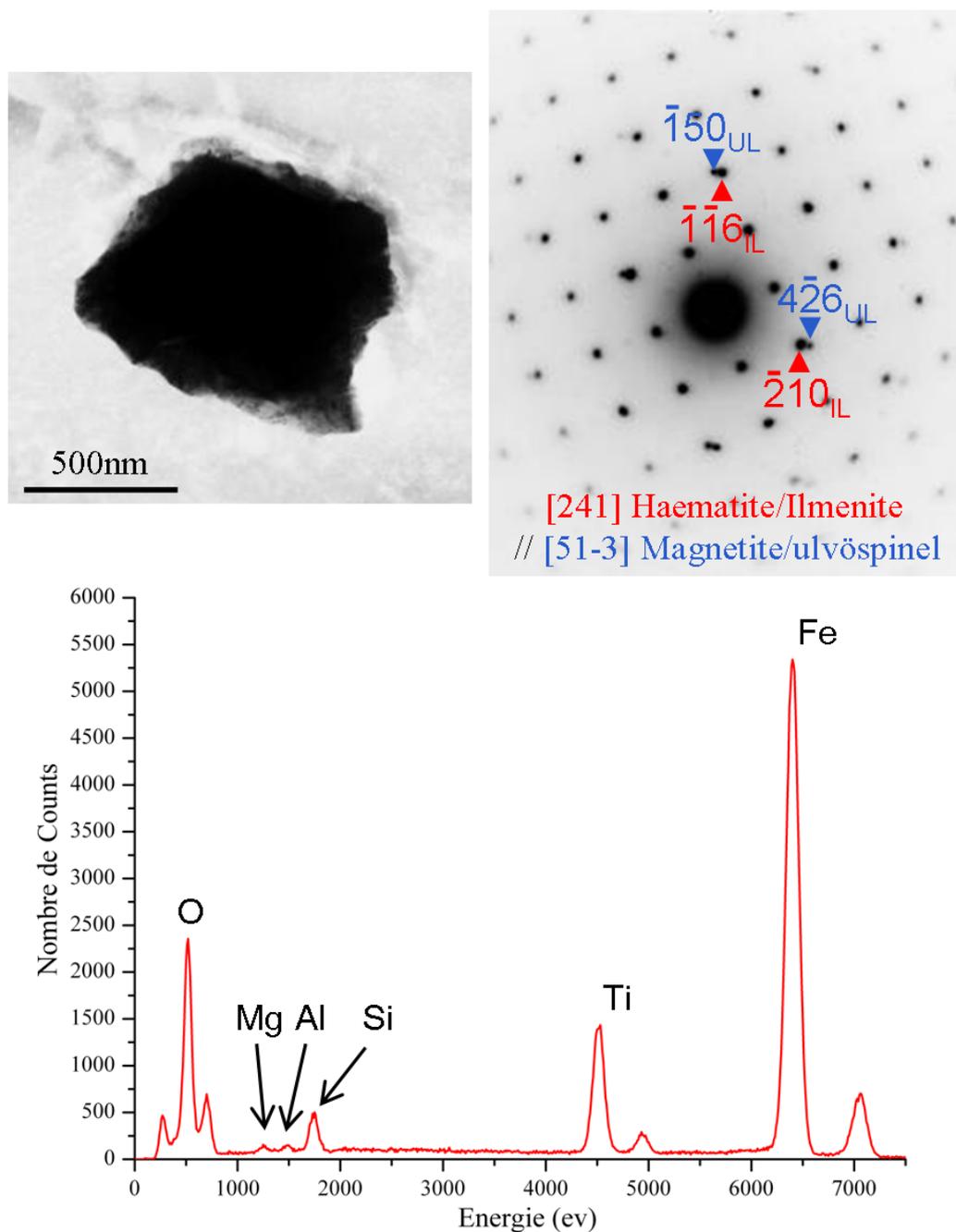


FIGURE 3.54 – Image en champ clair, diffraction associée et spectre EDX d'un grain d'oxyde de titane. Le grain est très épais ce qui ne permet pas d'imager correctement les défauts. Le cliché de diffraction illustre la superposition de deux phases identifiées comme ilménite ($FeO.TiO_2$) et ulvöspinel en relation d'orientation. La phase ilménite est trigonale tandis que l'ulvöspinel est cubique. La composition révèle d'environ 11 at.% de titane.

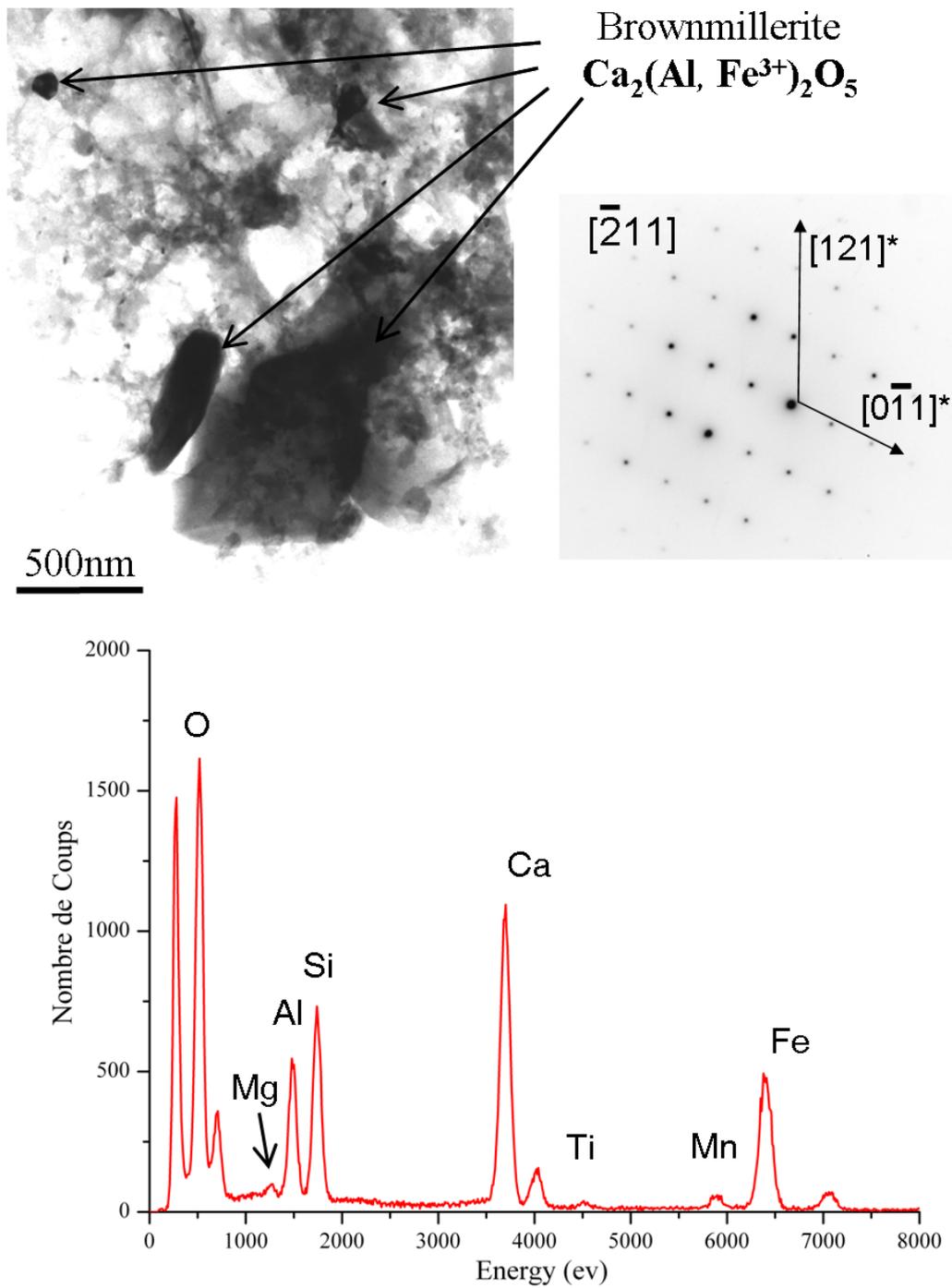


FIGURE 3.55 – Image en champ clair, cliché de diffraction associé et spectre EDX de grains de brownmillerite. Cette zone est constituée d'un cristal principal entouré d'autres plus petits. De l'amorphe avec excès de silice est aussi observé.

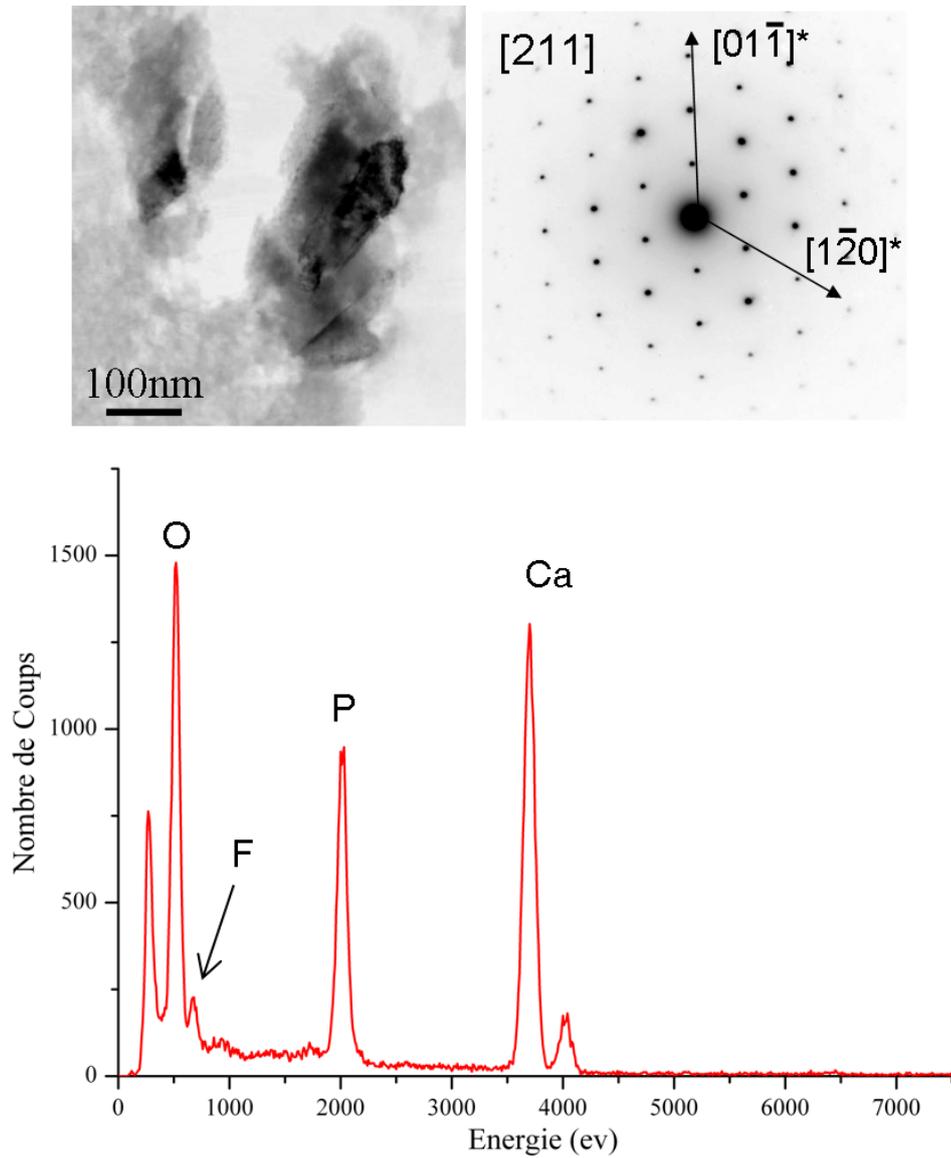


FIGURE 3.56 – Image en champ clair, cliché de diffraction associé et spectre EDX de grains d'apatite, plus précisément de fluorapatite.

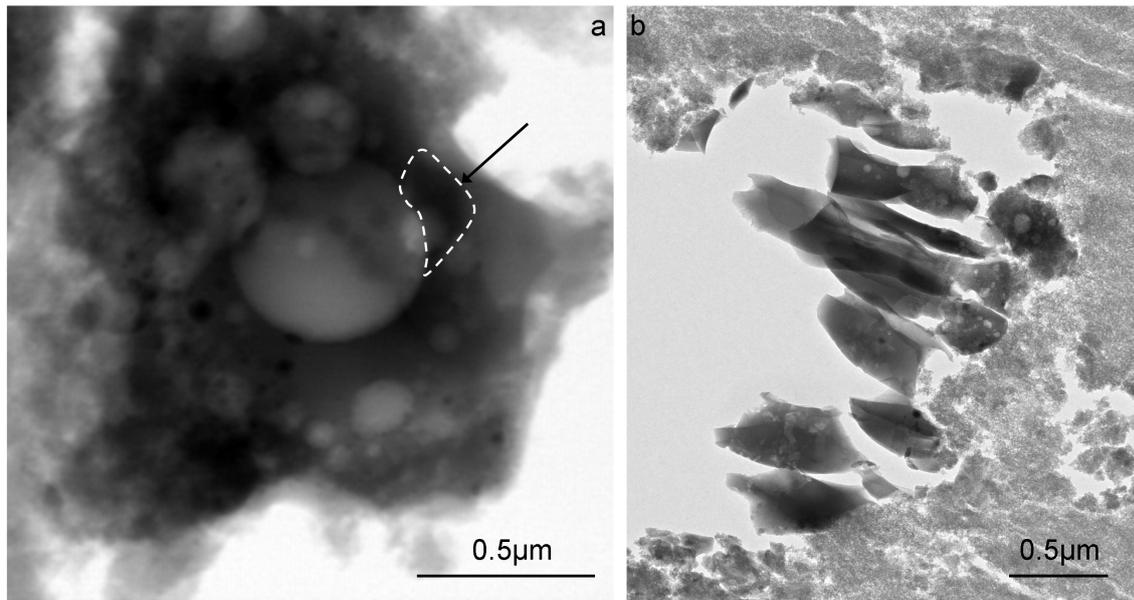


FIGURE 3.57 – (a) spinelle chromifère inclus dans une matrice vitreuse riche en silice contenant de grosses bulles. Le grain est préservé. (b) Pyroxène alumineux dont on observe qu’une partie, le reste étant perdu lors de la coupe. Beaucoup de matériau fondu entoure ce grain.

O	Si	Mg	Fe	S	Ni	Ca	Al	Ti	Cr	Mn	P	F
Magnétite												
50,16	0,34	0,00	49,39	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,11	0,00	-	-
49,86	0,08	0,01	49,82	0,00	-	0,00	0,23	-	-	-	-	-
56,63	12,03	0,12	30,42	0,56	-	0,04	0,12	0,00	0,08	0,00	-	-
Oxyde de titane												
56,57	2,75	-	30,17	-	-	-	0,32	10,19	-	-	-	-
Brownmillérite												
56,02	6,74	1,18	8,29	0,15	-	17,64	9,98	-	-	-	-	-
Fluorapatite												
56,99	0,28	-	-	-	-	24,95	-	-	-	-	13,48	4,30
Sulfures de fer												
18,09	4,85	1,94	37,91	36,51	0,29	0,00	0,16	0,00	0,21	0,04	-	-
62,15	18,89	0,05	8,71	9,11	0,92	0,11	0,05	0,00	0,00	0,01	-	-
46,16	9,59	0,24	22,08	21,09	0,08	0,00	0,02	0,00	0,73	0,01	-	-
49,45	25,71	0,00	11,11	13,09	0,01	0,02	0,00	0,00	0,02	0,59	-	-
Spinelle chromifère												
56,95	11,63	9,63	1,38	0,21	0,01	0,43	15,73	0,05	3,82	0,16	-	-
Pyroxène alumineux												
64,19	22,32	2,10	0,17	0,01	0,00	0,00	11,18	0,00	0,02	0,01	-	-

TABLE 3.13 – Composition en pourcentage atomique de quelques phases minoritaires rencontrées dans l’échantillon. On remarque généralement l’apport de SiO_2 sur les compositions et principalement pour les petits grains.

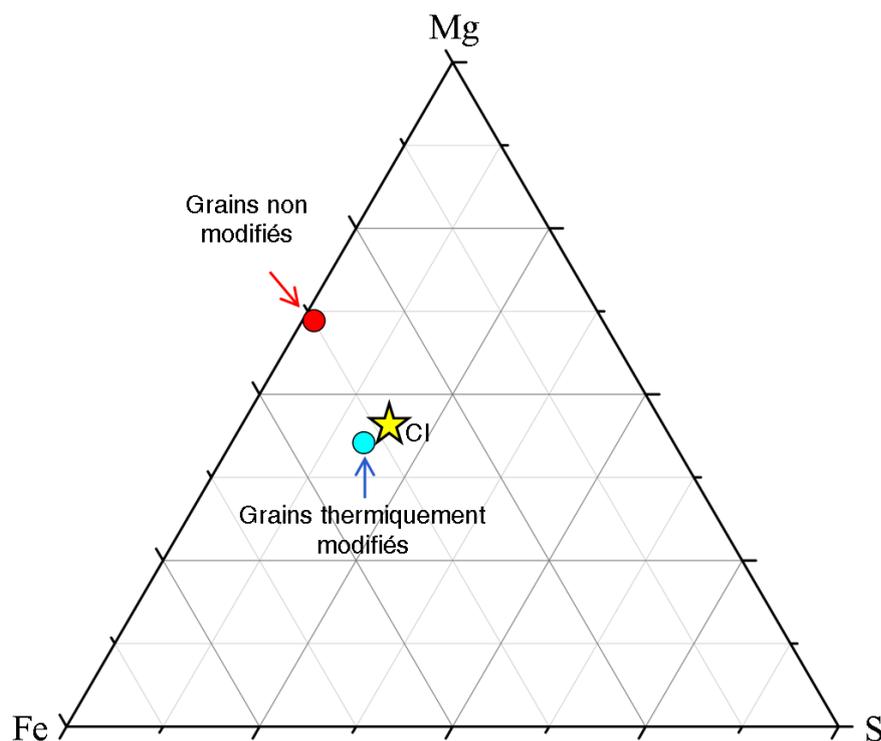


FIGURE 3.58 – Composition moyenne pondérée en pourcentage atomique des échantillons non modifiés par la collecte. La composition des échantillons thermiquement modifiés ainsi que la composition CI sont aussi reportées. On remarque que ce matériau cristallin est pauvre en soufre illustrant le fait que la majorité de sulfures étaient présents sous forme de petits grains dans ce qui constitue maintenant les grains thermiquement modifiés.

3.3.3.4 Composition moyenne des grains cristallins

Il est possible de placer dans le diagramme ternaire Fe-Mg-S la composition moyenne pondérée des grains cristallins, non modifiés par la collecte. Ce diagramme est présenté sur la figure 3.58. Cette composition est pauvre en soufre en comparaison du matériau thermiquement modifié. Ceci illustre le fait que la majorité des sulfures n'a pas été préservée durant la collecte et sont maintenant mélangés sous forme de billes dans les grains vitrifiés.

3.3.4 Relations entre grains cristallins et vitreux

Les grains cristallins sont généralement associés géographiquement à des grains modifiés thermiquement. Les compositions ne montrent pas de relation d'équilibre entre ces deux familles. Le cas présenté sur la figure 3.59 nous illustre une olivine cristalline très arrondie autour de laquelle se trouve du matériau amorphe. Les rapports $Mg/(Mg+Fe)$ sont différents pour chaque grain : il n'y a aucune évidence d'appartenance à une entité commune en équilibre. Le second exemple, présenté sur la figure 3.60, est une cartographie sur une surface de grain thermiquement modifié juxtaposant un cristal d'olivine riche en fer (Fe_{69}). Les cartes de répartition du fer et du magnésium ne montrent pas de concentration plus importante au bord de ce grain. Ceci montre qu'il

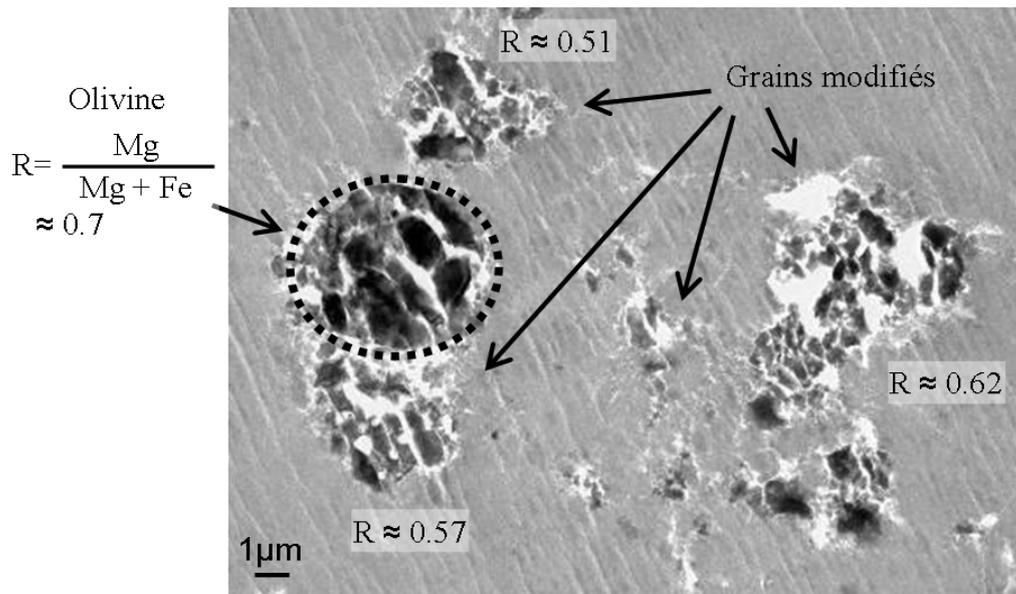


FIGURE 3.59 – Image en champ clair d'un cristal d'olivine entouré de matériau thermiquement modifié. Le rapport noté R représente le rapport $\text{Mg}/(\text{Mg}+\text{Fe})$. Il est variable entre chaque partie.

n'y a pas de relation de composition entre ces deux zones. Les grains vitrifiés proches des grains cristallins ne présentent pas de différence de composition particulière en comparaison des autres grains vitrifiés de l'échantillon.

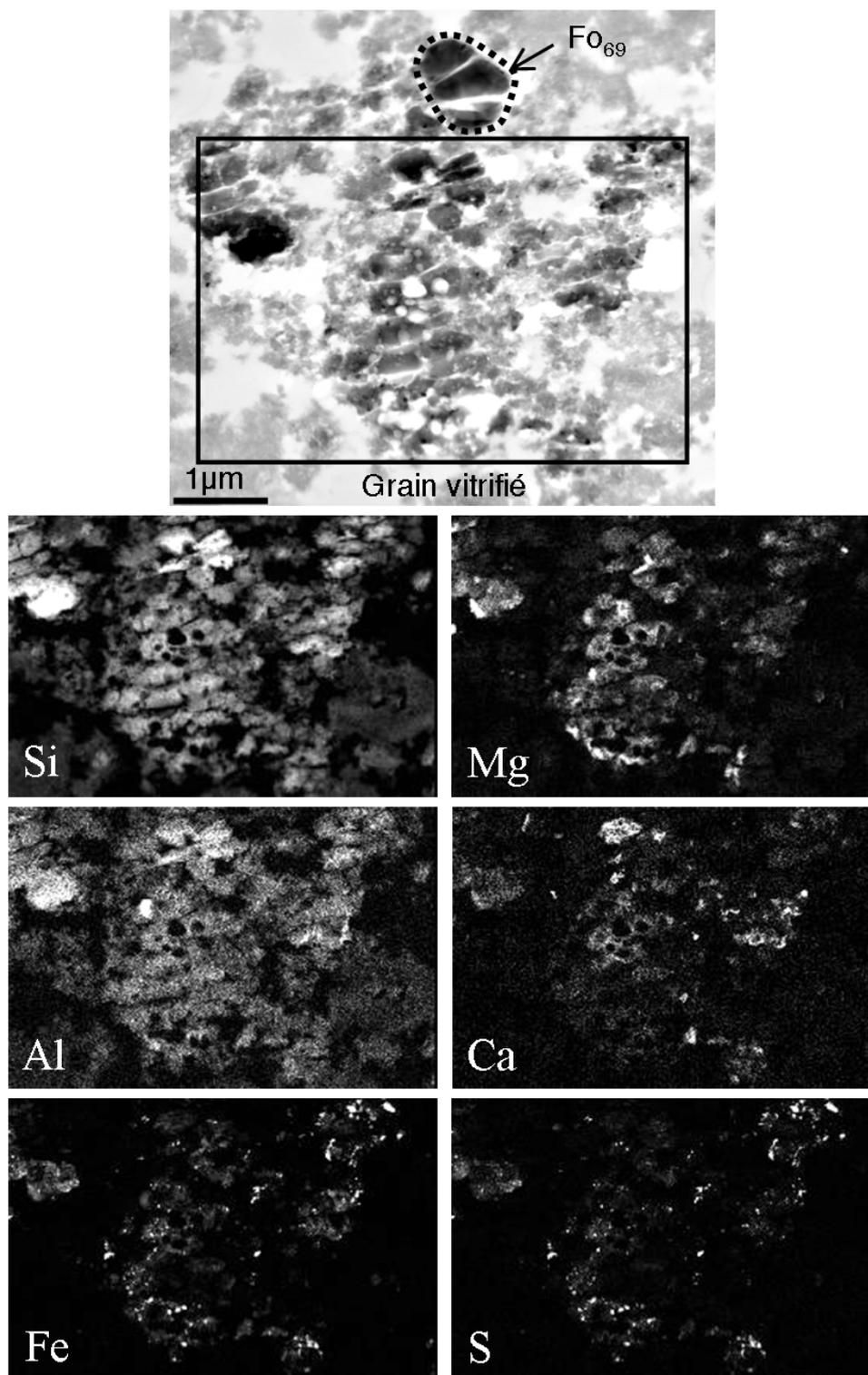


FIGURE 3.60 – Image STEM en champ clair et carte de répartition élémentaire du silicium, magnésium, aluminium, calcium, fer et soufre. Sur l'image STEM, on note la présence d'un grain cristallin d'olivine Fo_{69} . La zone d'où proviennent les cartes de répartition juxtapose ce grain d'olivine. Or il n'y a pas de concentration plus élevée de fer ou de magnésium à côté du grain d'olivine. Ceci suggère qu'il n'y a pas de relation directe entre ces composants. On remarque de nouveau des distributions élémentaires hétérogènes ainsi que la présence de grains fantômes.

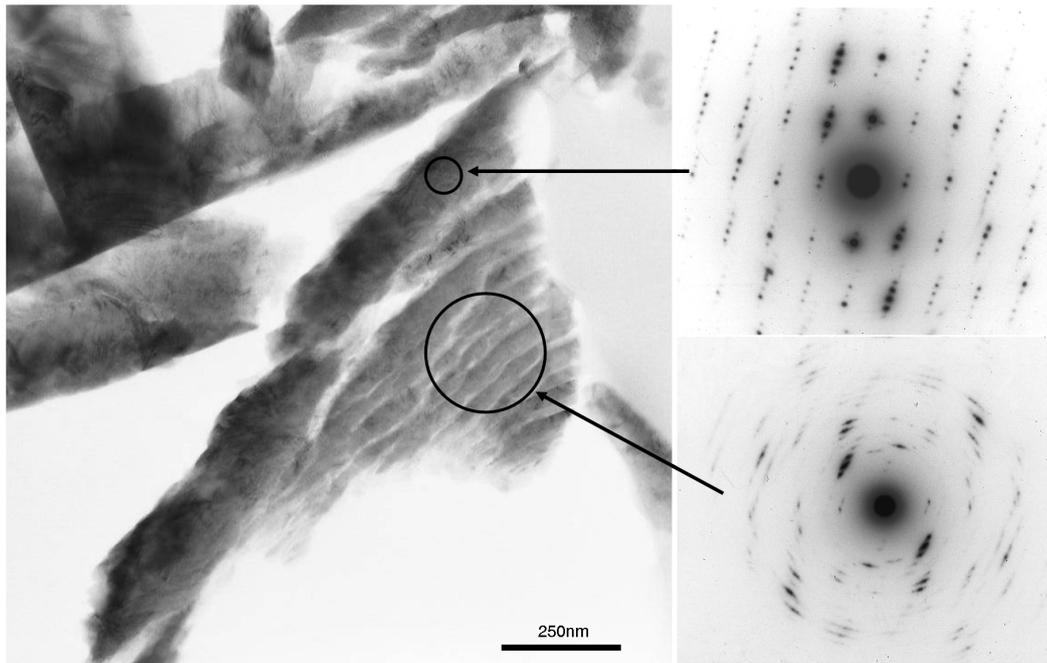


FIGURE 3.61 – Image en champ clair d’un grain de pyroxène avant le tir dans l’aérogel. Il présente une partie déstructurée identique à celles observées dans certaines particules terminales de pyroxène de Stardust (Fig. 3.11). Les diffractions associées (en haut le cristal et en dessous la zone déstructurée) montrent le même effet de rotation des tâches due à une légère désorientation durant la coupe microtome (axe de zone [167]).

3.4 Les tirs expérimentaux

Les tirs expérimentaux des particules dans l’aérogel ont été réalisés en collaboration avec le Professeur Mark Burchell de l’université du Kent à Canterbury. Les préparations des échantillons avant et après les tirs ont été réalisées à Lille.

Deux expériences sont décrites dans cette section. Elles correspondent à des tirs dans une cible d’aérogel de minéraux naturels, olivine et pyroxène (de taille $<50 \mu\text{m}$), dans des conditions identiques à celles de la collecte des échantillons cométaires de la mission Stardust. Les détails expérimentaux sont donnés dans la partie “protocole expérimental”.

Les échantillons naturels ont été caractérisés en microscopie électronique en transmission avant le broyage en poudre. Dans les deux cas, ils présentent une très faible densité de défauts structuraux de type dislocation (systématiquement inférieur à un défaut pour $25 \mu\text{m}^2$). L’observation des échantillons après broyage et coupe microtome a montré que ces étapes ne créaient pas de défaut microstructuraux de type macles ou dislocations. Toutefois la coupe microtome détériore significativement l’aspect général des échantillons. On retrouve sur les échantillons de pyroxènes les zones déstructurées (Fig.3.61) observées pour les pyroxènes des particules terminales cristalline de Stardust (Fig.3.11). L’aspect de grain cassé en forme de lamelles est observé pour l’olivine et le pyroxène. On confirme donc ici que ces aspects sont bien dus à la préparation par ultramicrotomie.

	O	Si	Mg	Fe
Cristal	57,1	14,1	26,3	2,5
Zone de mélange cristal amorphe	62,8	25,6	9,8	1,8
Amorphe	66,4	32,8	0,5	0,3

TABLE 3.14 – Table de composition moyenne en pourcentage atomique des différentes zones constituant les interfaces cristal / amorphe. Ces valeurs sont mesurées puis calculées depuis le profil de composition présenté sur la figure 3.65. Le taux d'imprégnation de silice dans la zone centrale est d'environ 80%. La zone amorphe n'est constituée que d'aérogel fondu.

3.4.1 Olivine

L'expérience de tir a été réalisée avec une olivine naturelle riche en magnésium, Fo₉₁. Cette composition de silicate est recensée en nombre dans les échantillons de Wild2 (Fig. 3.48). Trois particules terminales, provenant de trois traces de décélération différentes ont été caractérisées (Fig. 3.62). Elles présentent systématiquement les mêmes caractéristiques :

- Les échantillons sont arrondis alors qu'avant le tir ils sont anguleux (Fig. 2.5 page 44 a). Ceci confirme qu'il y a eu de l'abrasion durant la décélération dans l'aérogel. Ceci suggère par ailleurs la perte de matériau le long de la trace de décélération.
- La présence d'une couronne de matériau qui est un mélange de deux phases, une phase vitreuse et une cristalline. Elle est d'épaisseur variable ($\approx 200\text{ nm}$). Nous détaillerons cet aspect dans le paragraphe suivant.
- Des dislocations observées dans les trois échantillons.

3.4.1.1 Les interfaces cristal/amorphe

Les trois échantillons sont constitués d'un cœur cristallin et d'une couronne extérieure faite d'un mélange de matériau cristallin et amorphe. Une deuxième couronne très riche en silice entoure l'ensemble. Les interfaces sont franches. Les compositions moyennes des différentes zones sont présentées dans la table 3.14. Ceci nous permet de déterminer un taux d'imprégnation de silice d'environ 80% sur la partie amorphe + cristal et de 98% sur la partie totalement amorphe. Dans ce second cas il s'agit d'aérogel fondu dans lequel la matière cométaire a diffusé.

La zone de mélange cristal / amorphe est située entre le cristal et l'amorphe. Sa microstructure s'apparente à un cristal partiellement fondu. Le cristal constituant cette zone possède une unique orientation cristallographique, identique à celle du cristal adjacent (Fig. 3.64).

Les profils des éléments oxygène, silicium, magnésium et fer sont présentés sur la figure 3.65(a et b). Les différentes zones sont :

- Le cristal, de composition homogène, entre 0 et 200 nm.
- L'interface cristal / cristal+amorphe, qui présente un pic de silicium et d'oxygène associé à une diminution du taux de fer et magnésium. L'image correspondant au profil (Fig. 3.65a) montre une zone plus claire à cette interface. Il s'agit de matériau amorphe riche en silice en forme de petites sphères juxtaposées (Fig. 3.66).

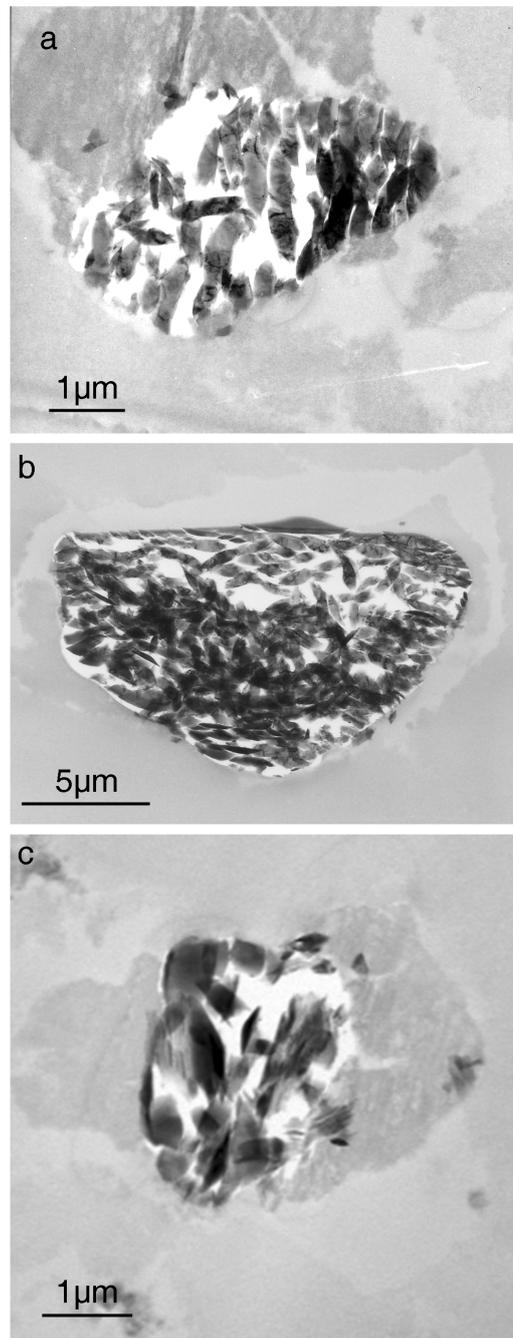


FIGURE 3.62 – Images en champ clair des trois particules d’olivine collectées expérimentalement dans l’aérogel. Leurs tailles sont variables, ils sont tous cristallins et présentent une couronne amorphe riche en silice. Ils ressemblent à s’y méprendre aux échantillons de Stardust.

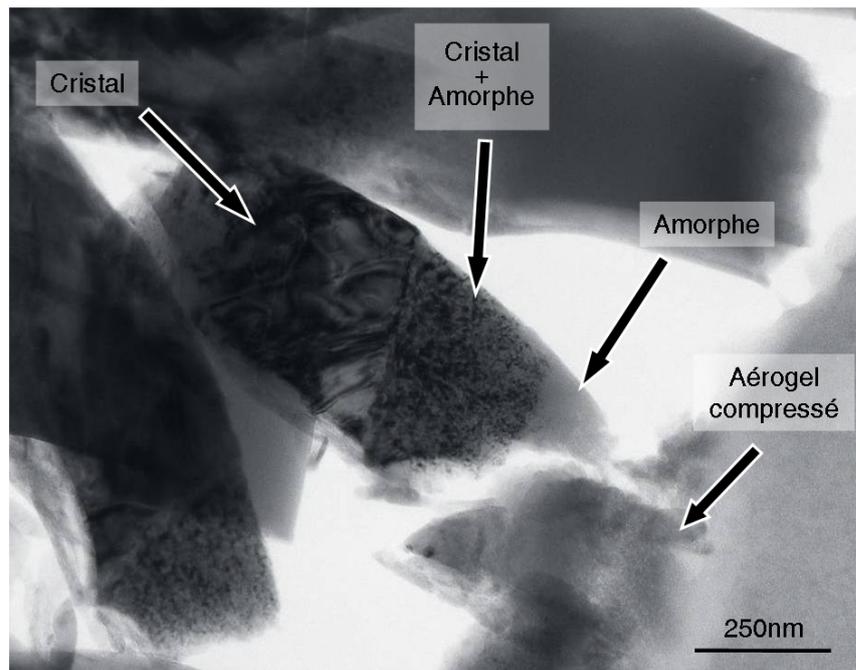


FIGURE 3.63 – Image en champ clair d’une interface entre le cristal et l’aérogel observée dans l’olivine après tir expérimental. Elle se compose de quatre parties : le cristal, un mélange cristal + amorphe, une zone amorphe dense enrichie en silice et enfin de l’aérogel compressé.

- La zone de compositions variables, entre 250 et 370 nm, qui correspond à la coexistence cristal/amorphe. Les profils de concentration du fer et du magnésium évoluent d’une interface à l’autre : la concentration en fer augmente avec la distance au contraire de celui du magnésium qui diminue en s’éloignant du cristal.
- L’amorphe enrichi en silice de composition constante à plus de 380 nm.

La zone intercalée entre le cristal et l’amorphe est une conséquence de la fusion congruente de l’olivine. Le grain a été amené dans le domaine d’équilibre de coexistence liquide/solide par chauffe durant la collecte. Deux compositions à l’équilibre, une à l’interface cristal + liquide / liquide et une à l’interface cristal + liquide / cristal permettent de déduire la température ayant amené à cet équilibre thermodynamique. Le diagramme binaire de l’olivine (Fig. 3.67), indique que dans ce cas le liquide est enrichi en fer et le cristal en magnésium. A l’interface cristal / cristal + liquide, la composition est plus riche en Mg (Fe_{81-85}) et à l’interface cristal + liquide / liquide, la composition est plus riche en fer (Fe_{32-39}). En supposant l’équilibre atteint, les compositions aux deux interfaces correspondent à ce qui est attendu à une température d’environ $1750^{\circ}C$.

Le coefficient de diffusion des cations est de l’ordre de $10^{-10} m^2.s^{-1}$ dans un verre de silice liquide (voir Roskosz *et al.* (2008) et références citées). La durée du palier haute température est estimé à 0,1 ms Roskosz *et al.* (2008) ce qui donne un déplacement moyen des éléments (donné par la relation d’Einstein) de :

$$\langle X \rangle = 2\sqrt{Dt} \approx 600 \text{ nm}$$

Le domaine de coexistence étant d’une centaine de nanomètre, l’équilibre a pu être atteint.

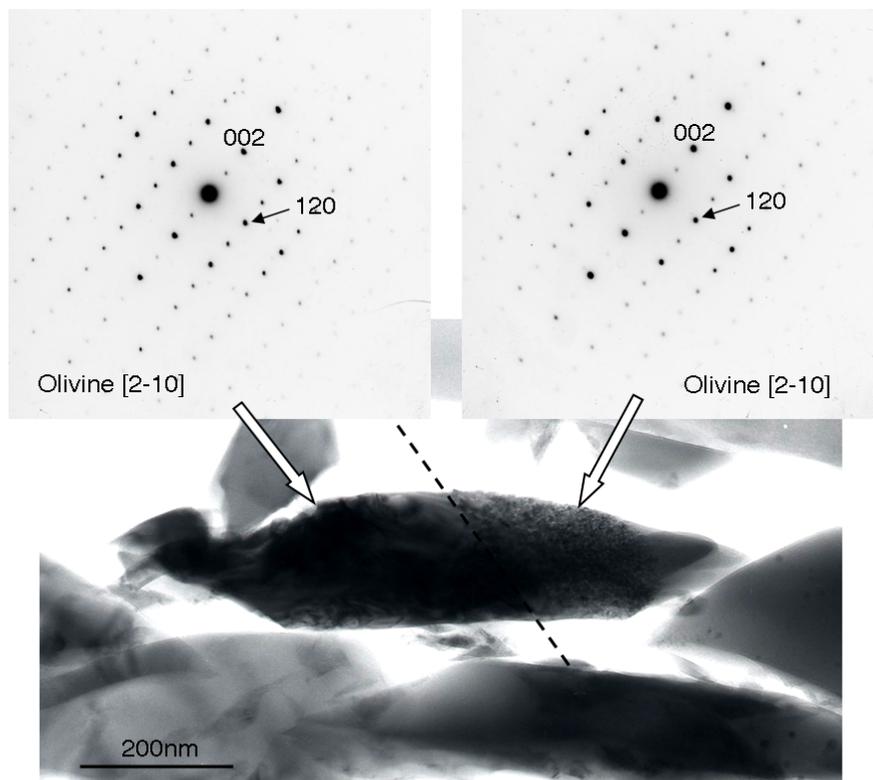


FIGURE 3.64 – Image en champ clair et diffraction électronique d'un grain présentant une partie cristalline et une partie cristal + amorphe. Les diffractions révèlent une orientation commune entre les deux zones ce qui témoigne d'un réseau cristallin commun.

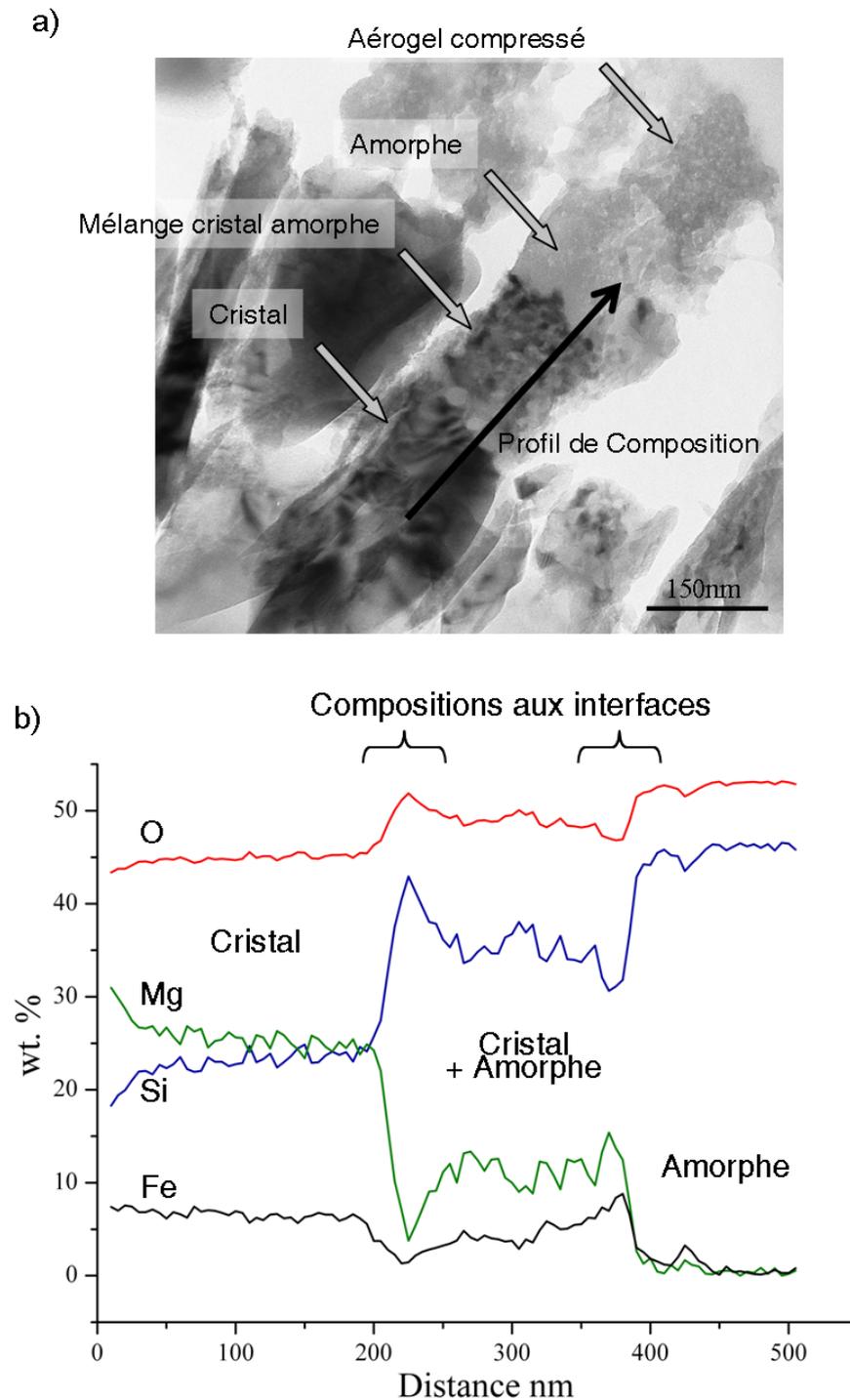


FIGURE 3.65 – a) Image en champ clair d'un grain présentant une interface avec un domaine de coexistence cristal + amorphe. On y indique le profil de composition réalisé. b) Profil de composition de l'interface des éléments oxygène, silicium, magnésium et fer. Les valeurs sont indiquées en poids pourcent.

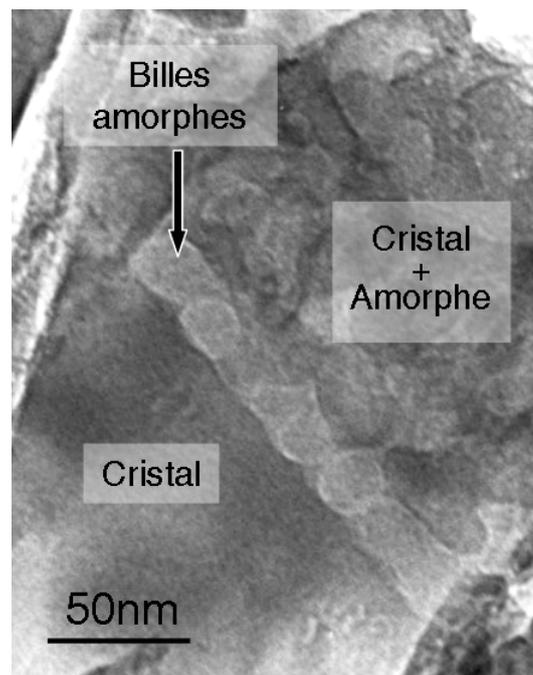


FIGURE 3.66 – Image en champ clair des petites sphères de matériau amorphe juxtaposées sur l'interface cristal / cristal+amorphe.

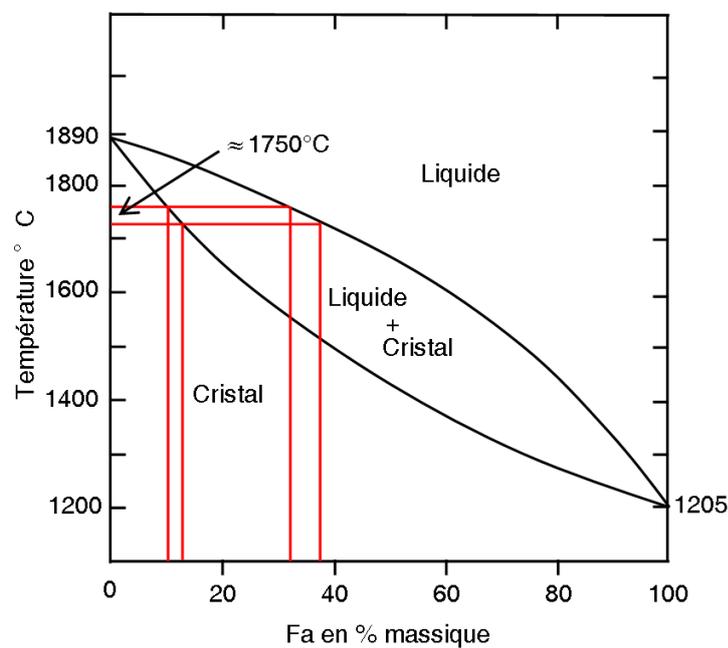


FIGURE 3.67 – Diagramme binaire de l'olivine présenté en pourcentage massique de fayalite. Les compositions du mélange cristal liquide aux deux interfaces (avec le cristal, avec le liquide) sont reportées afin de déduire la température d'équilibre. Elle est d'environ 1750°C.

Le cristal s'enrichit en magnésium tandis que le liquide s'enrichit en fer durant l'étape de haute température (Fig. 3.67). A la composante liquide se mélange de la silice provenant de la fonte de l'aérogel environnant. Le liquide de composition forsterite $((\text{Mg,Fe})_2\text{SiO}_4)$ au départ tend vers une composition de type enstatite $((\text{Mg,Fe})_2\text{Si}_2\text{O}_6)$, dont le point de fusion est plus bas. Dans cette phase partiellement fondue coexistent alors le cristal de forsterite et le liquide de composition enstatite. On considère que le front de refroidissement arrive alors par l'extérieur. La forsterite est la première phase qui cristallise à partir du verre de composition enstatite. Un verre de silice est créé simultanément afin de préserver l'équilibre des éléments. Le front de cristallisation avance jusqu'à l'interface avec le cristal qui est plane. Le cristal de forstérite a fondu, s'est mélangé avec de la silice et le liquide recristallise de la forstérite. Il y a donc un excès de silice provenant de l'aérogel qui se trouve alors proche de l'interface sous forme de gouttes (géométrie induisant le minimum d'énergie de surface) (Fig. 3.66). Elles s'alignent sur l'interface de manière régulière ce qui expliquerait la zone amorphe entre le cristal et le cristal + amorphe. L'orientation des cristaux est quant à elle identique car un squelette de forstérite cristalline n'a pas totalement fondu. La forstérite a cristallisé préférentiellement sur ces germes en préservant les relations cristallographiques.

3.4.1.2 Les dislocations

Les échantillons d'olivine impactées dans l'aérogel contiennent des dislocations. (Fig.3.68a). Elles sont en contraste avec le vecteur $\vec{g} = 004$ et éteintes avec un vecteur $\vec{g} = 200$. Ceci suggère un vecteur de Burgers \vec{c} . La ligne est compatible avec la direction $[001]$ ce qui donne un caractère vis. Ces dislocations ont les mêmes caractéristiques que celle des échantillons de Wild2. Aucune dislocation de vecteur de Burgers \vec{c} n'a été observée dans les échantillons non impactés (Fig. 3.68b). Seuls quelques petits segments sont en contraste avec le vecteur $\vec{g} = 200$.

Un grain contient une série de dislocation très courbées, illustrant une activité de source (Fig. 3.69). Ces dislocations sont aussi de vecteur de Burgers \vec{c} . Leur courbure nous permet de déduire un ordre de grandeur de la contrainte nécessaire pour former ce type de microstructure. La relation d'équilibre entre la tension de ligne de la dislocation et la force tangentielle allongeant l'arc AB de δl (Fig. 3.70) permet de déduire la contrainte ayant amené à l'ouverture du segment de dislocation initial. On considère que l'arc AB de dislocation glisse dans le plan du schéma sous l'effet d'une contrainte de cisaillement τ parallèle au plan de glissement. En considérant dl l'allongement de AB soumis à une force radiale F, il faut appliquer une force tangentielle pour conserver sa forme noté T sur la figure.

$$F = \tau \cdot b \cdot dl \quad (3.5)$$

avec b le vecteur de Burgers et :

$$T = \mu b^2 \quad (3.6)$$

On pose alors :

$$\delta l = R \cdot dl \quad (3.7)$$

On projette les différentes forces sur l'axe de symétrie horizontale de la figure. La condition d'équilibre des forces sur dl donne :

$$F = 2.T \cdot \sin\left(\frac{d\theta}{2}\right) \quad (3.8)$$

Or $d\theta$ étant très petit, on peut faire l'approximation des petits angles et nous obtenons :

$$F = 2.T \cdot \frac{d\theta}{2} = T \cdot d\theta \quad (3.9)$$

En travaillant les relations 3.5, 3.6 et 3.7, on obtient :

$$\tau \cdot b \cdot dl = \alpha \cdot \mu b^2 \cdot \frac{dl}{R} \Leftrightarrow \tau = \alpha \cdot \frac{\mu b}{R} \Leftrightarrow \tau \propto \frac{\mu b}{R} \approx \frac{2\mu b}{l} \quad (3.10)$$

En prenant le module de cisaillement à 0 GPa de la forsterite $\mu \approx 70$ GPa (citation thèse de J. Durinck), $b=0.599$ nm (paramètre de maille suivant c) et l la longueur de ligne mesurée ≈ 60 nm, on trouve une contrainte d'environ 1.5 GPa. Cette valeur est plus élevée que ce qui est prévu pour un choc dans l'aérogel, estimé à environ 300 MPa par Trigo-Rodríguez *et al.* (2008).

3.4.2 Pyroxène

La composition du pyroxène (En_{93}) utilisé est donnée dans la table 3.15 avant et après le tir dans l'aérogel. Trois particules de trois traces différentes ont été caractérisées (Fig. 3.71). Seule une des particules possède une partie cristalline préservée (Fig. 3.71b), les autres sont amorphes. La partie cristalline préservée est trop épaisse pour pouvoir effectuer une étude précise de sa microstructure. Il est intéressant d'observer qu'à partir d'un objet cristallin, la microstructure obtenue après tir est comparable à celle des échantillons modifiés thermiquement de Stardust. Cependant, aucune bille métallique n'est présente dans ces trois échantillons. Les champs clairs ne révèlent pas d'inclusions sombres (Fig. 3.72) et les distributions élémentaires de fer montrent qu'il serait toujours présent sous forme d'oxyde dans la matrice amorphe (Fig. 3.73).

La composition moyenne d'un échantillon après le tir dans l'aérogel est présentée dans la table 3.15. Ceci nous permet de déduire le taux d'imprégnation de l'aérogel connaissant la composition initiale. Il est de 80%. Ceci est cohérent avec les calculs menés pour les échantillons de Stardust.

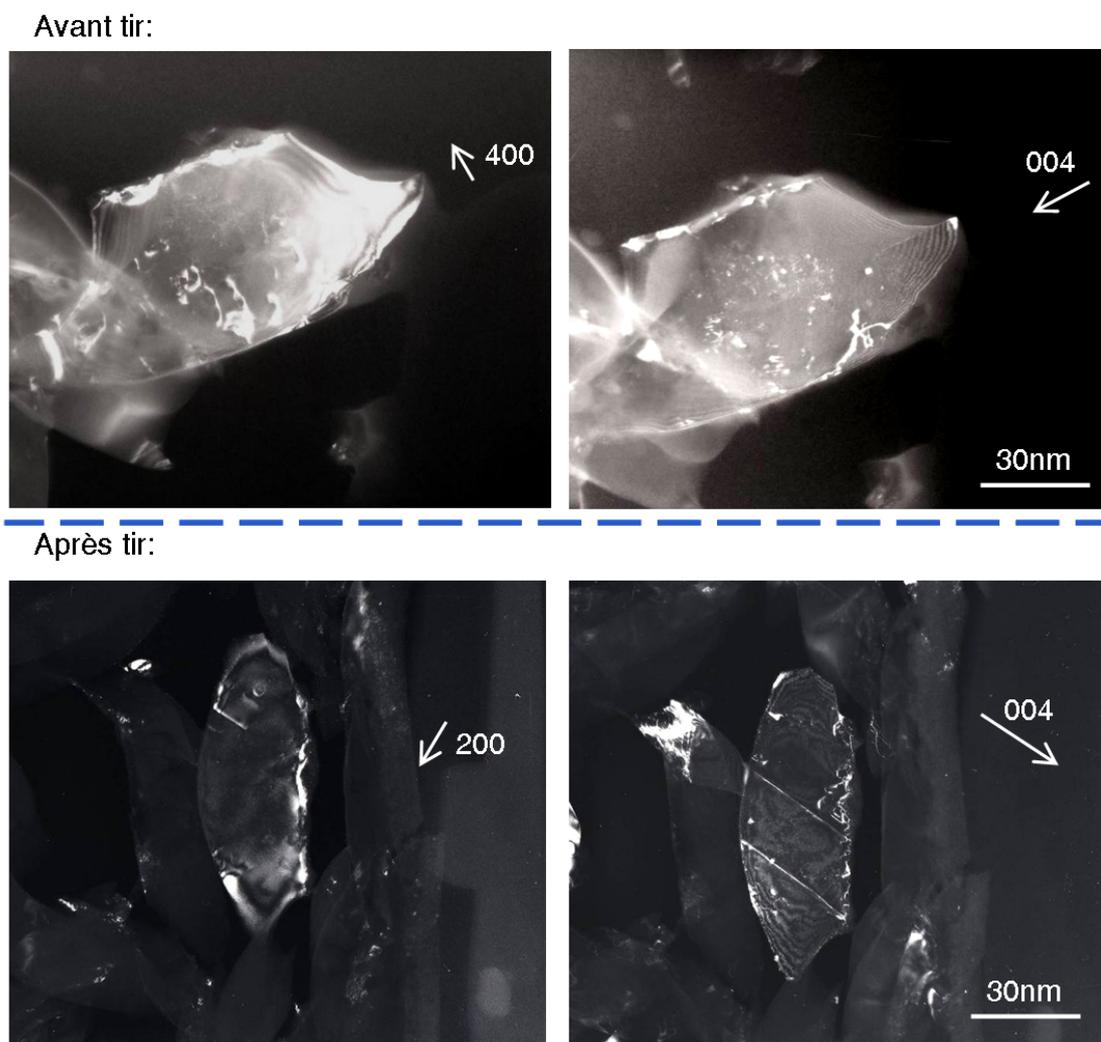


FIGURE 3.68 – Images en champ sombre des grains d'olivine avant et après le tir dans l'aérogel. Les vecteurs de contraste $\vec{g} = 400$ et $\vec{g} = 200$ n'allument pas de défauts, mis à part quelques petit segment avant tir non observés après tir sur les différents grains étudiés. Le vecteur $\vec{g} = 004$ allume quant à lui des dislocations c de type vis après tir mais aucune n'est observée avant tir.

	O	Si	Mg	Fe
Grain initial (at.%)	60,3	19,7	16,1	1,8
Grain vitreux après tir expérimental dans l'aérogel (at.%)	64,5	29,0	5,7	0,4

TABLE 3.15 – Table de composition en pourcentage atomique du pyroxène étudié dans les tirs expérimentaux avant et après tir dans l'aérogel. Ces compositions révèlent un taux d'imprégnation de silice d'environ 80%

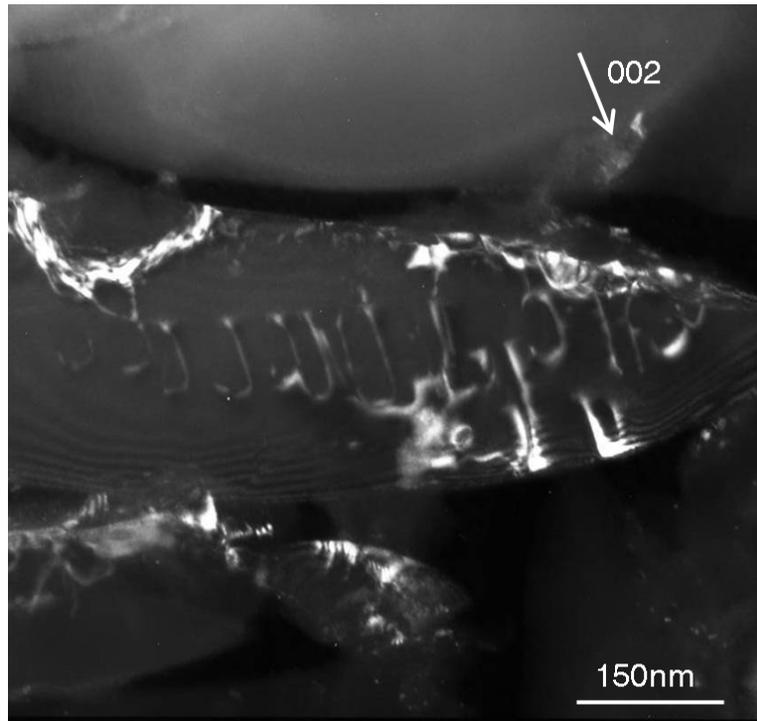


FIGURE 3.69 – Image en champ sombre de dislocations courbées dans l’olivine après tir expérimental dans l’aérogel. Cette configuration témoigne de l’activité de sources sous contrainte. Leur rayon permet d’estimer la contrainte nécessaire à leur développement de 1.5 à 2 GPa.

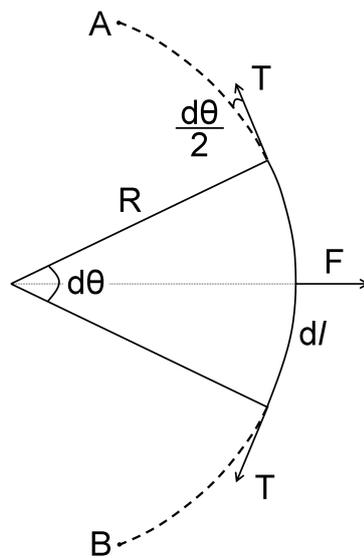


FIGURE 3.70 – Représentation schématique d’une ligne de dislocation sous contrainte ancrée aux points A et B.

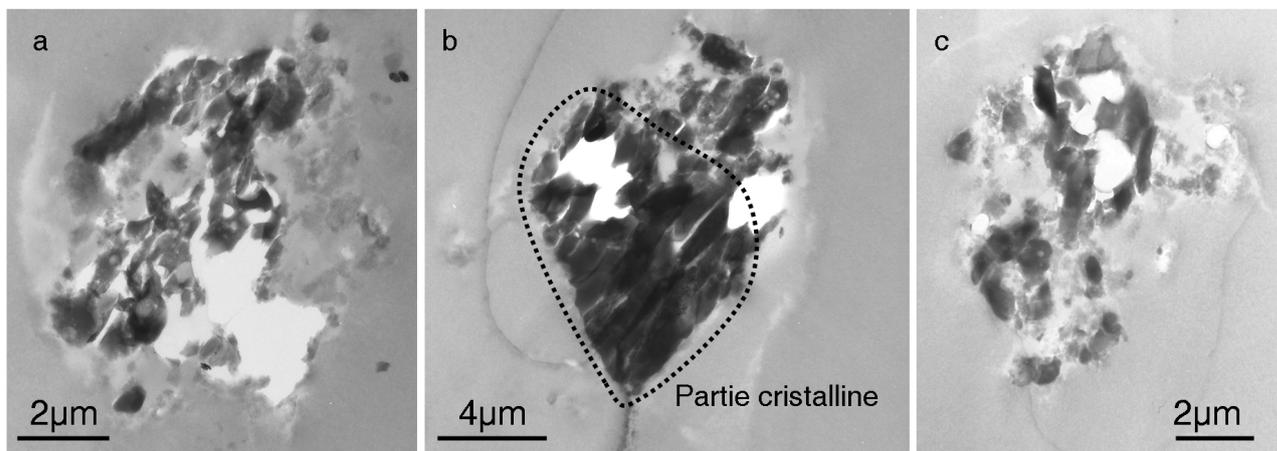


FIGURE 3.71 – Images en champ clair des trois échantillons de pyroxènes après tir expérimental provenant de trois traces de décélération différentes. Ces échantillons sont majoritairement amorphes, seule une zone épaisse cristalline est observée sur une coupe (b).

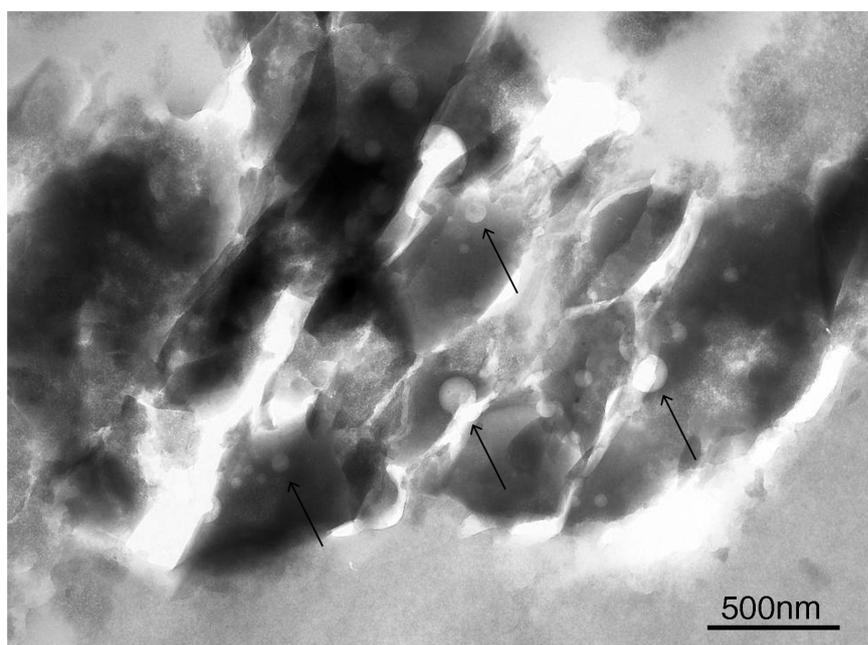


FIGURE 3.72 – Image en champ clair d'un échantillon de pyroxène après tir expérimental dans l'aérogel. Le grain est un amorphe d'apparence vitreuse, enrichi en SiO₂. Il est très semblable aux échantillons thermiquement modifiés observés dans les échantillons de Stardust. Néanmoins on note qu'aucune inclusion sombre n'est présente. Quelques cavités sont fléchées.

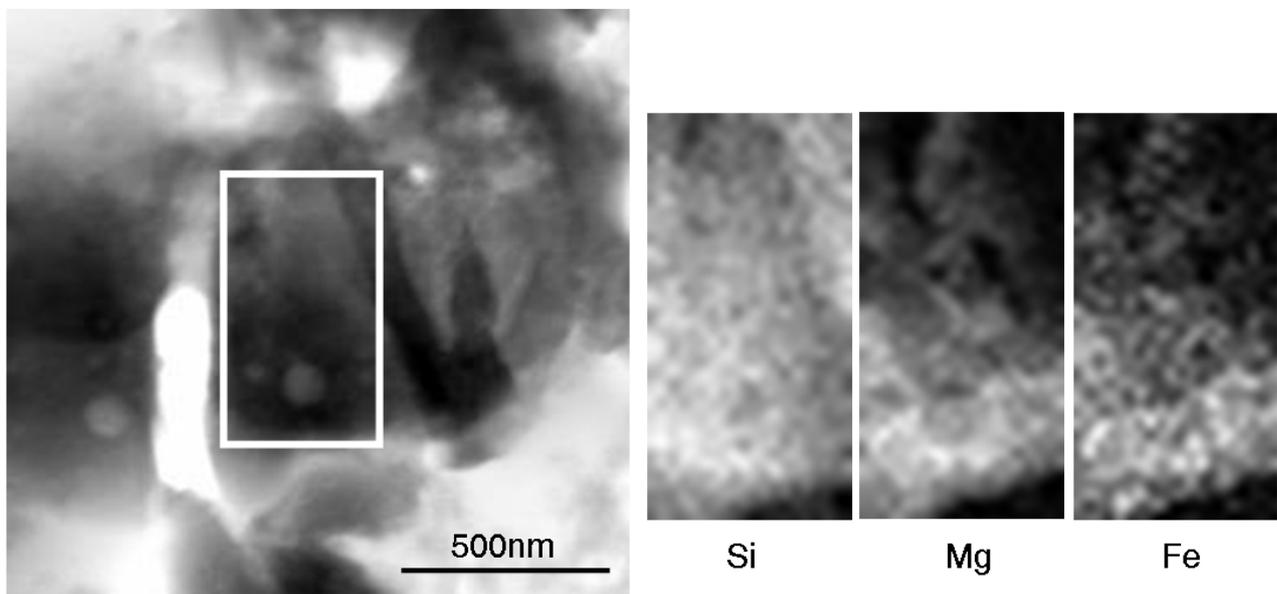


FIGURE 3.73 – Image STEM en champ clair et distribution en oxygène, silicium, magnésium, fer et soufre d’une partie de la matrice amorphe d’un grain de pyroxène collecté expérimentalement dans l’aérogel. On note que le fer est toujours associé sous forme d’oxyde dans la matrice et non sous forme de billes métalliques tel qu’observé dans les échantillons thermiquement modifiés de Stardust.

Chapitre 4

Discussion

Sommaire

4.1	Revue bibliographique des travaux concernant la collecte d'objets dans l'aérogel de silice	146
4.1.1	Approche expérimentale	147
4.1.2	Approche théorique :	149
4.1.3	Morphologie des traces de décélération	150
4.2	Interprétation des microstructures observées dans les particules terminales	152
4.2.1	Signature ignée	152
4.2.2	Les lamelles de clinostatite dans l'orthostatite	155
4.2.3	La pigeonite maclée	160
4.2.4	Dislocations	162
4.2.5	Bilan sur les échantillons C2027-2-69-1, C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2 . .	162
4.3	Les particules ayant subi des modifications structurales importantes durant la collecte	164
4.3.1	Ces grains vitrifiés correspondent-ils à des GEMS ?	164
4.3.2	La matrice vitreuse	168
4.3.3	Les inclusions de métal et de sulfure de fer	170
4.3.4	Compositions, taille et reconstruction des grains avant l'interaction avec l'aérogel.	173
4.4	Les particules cristallines du bloc d'aérogel comprimé de la trace n°80	179
4.4.1	Les silicates	179
4.4.2	Phases mineures d'origine ignée	181
4.4.3	Les témoins d'altération aqueuse	182
4.4.4	Composition moyenne et reconstruction de la particule incidente de la trace n°80	186
4.5	Implications astrophysiques	189
4.5.1	Minéralogie des particules de Wild2	189
4.5.2	Comparaison aux autres objets extraterrestres	190
4.5.3	Que nous apprennent ces observations sur la dynamique du disque protoplanétaire?	198

Les échantillons cométaires provenant de Wild2 ont été collectés durant la mission Stardust dans un aérogel de silice de très faible densité. La vitesse relative entre les poussières et le collecteur est estimée à 6.1 km.s^{-1} (Hörz *et al.*, 2006). Les poussières ont subi, lors de leur décélération sur quelques millimètres en quelques microsecondes, des interactions fortes avec l'aérogel. Cet événement bref et intense a affecté la microstructure des particules à différents niveaux. Certaines sont encore constituées d'un cœur bien préservé tandis que d'autres sont totalement noyées dans une matrice de silice vitreuse qui témoigne d'un événement de haute température.

Dans un premier temps nous discuterons des conditions auxquelles ont été soumises les particules durant la collecte dans l'aérogel. Ensuite nous interpréterons la microstructure des grains constituant les particules terminales C2027-2-69-1, C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2. En particulier, nous discuterons de l'origine des défauts cristallins présents dans les olivines et les pyroxènes étudiés afin de décrypter leurs histoires thermo-mécaniques. Dans une deuxième partie nous nous concentrerons sur les particules ayant subi des modifications structurales importantes lors de la collecte (échantillons C2092-2-80-47, 48, 49 et 50). Nous donnerons une interprétation des processus physico-chimiques ayant pris place durant l'interaction avec l'aérogel. Nous déterminerons ainsi la nature de leurs constituants et verrons en quoi ces échantillons diffèrent des grains terminaux bien préservés. Ces deux parties seront traitées à la lumière des résultats de tirs expérimentaux d'olivine et de pyroxène. Ensuite nous verrons que la caractérisation des échantillons issus du bloc d'aérogel compressé du bulbe de la trace n°80 (C2092-2-80-53 et 65) permet de tenter une reconstruction de la nature de la particule incidente (taille de grains, composition des constituants élémentaires et proportion relative des différents constituants). Enfin nous comparerons la minéralogie de ces grains aux autres objets connus du système solaire (IDPs, météorites primitives, chondres...) afin de replacer Wild2 dans le contexte astrophysique de l'évolution d'un disque protoplanétaire.

4.1 Revue bibliographique des travaux concernant la collecte d'objets dans l'aérogel de silice

L'étude des particules collectées nécessite dans un premier temps de comprendre les effets associés à l'épisode de collecte dans l'aérogel. Nous allons présenter dans cette première section les différentes approches expérimentales et théoriques réalisées jusqu'à ce jour concernant la collecte d'échantillons se déplaçant à grande vitesse. Les objectifs sont d'une part de déterminer les régimes de température ainsi que les contraintes thermiques et mécaniques subies par les particules lors de leur décélération. D'autre part, il s'agit grâce à la morphologie des traces de décélération d'obtenir des informations concernant la particule incidente (taille, densité, porosité, agrégat ou monolithe).

4.1.1 Approche expérimentale

Les premiers essais de collecte de petits objets se déplaçant à haute vitesse datent du début des années 80 (Tsou *et al.*, 1984). Ils concernaient des billes d'aluminium impactant du polystyrène expansé. L'objectif était alors de mettre en œuvre un système de collecte des IDPs et particules interstellaires. L'utilisation de l'aérogel de silice est mentionnée pour la première fois par Tsou *et al.* (1988) et Zolensky *et al.* (1989). Ces derniers ont utilisé des projectiles de taille comprise entre un et plusieurs centaines de micromètres. Les échantillons étaient de l'olivine, de la pyrrhotite, des billes de verre de silicate ainsi que des polymères. L'objectif était déjà d'impacter du matériau analogue à ce qui est observé dans les météorites. Pour cela, pour certaines expériences, des agrégats de minéraux tels que l'olivine, le pyroxène, les spinelles, les graphites, la pyrrhotite, la calcite, les smectites et les serpentines étaient assemblés grâce à de la résine époxy sous forme de sphères de un millimètre de diamètre. Dans certains cas, de la fusion de matière est observée ainsi que la perte d'éléments volatils. L'aérogel de silice est rapidement préféré au polystyrène pour sa transparence, sa faible densité, la simplicité de sa composition ($\approx 97 - 99\% SiO_2$ massique) et pour sa mise en œuvre bien maîtrisée. Il est finalement choisi pour la capture de poussières extraterrestres. La première utilisation de l'aérogel pour la collecte de matériau extraterrestre date de 1992 (Tsou *et al.*, 1993). De nombreux essais dans l'espace ont ensuite été réalisés durant des périodes prolongées lors de différentes missions spatiales, comme par exemple sur le satellite EURECA (Brownlee *et al.*, 1994; Burchell *et al.*, 1999), sur la station spatiale Mir (Hörz *et al.*, 2000) ou encore sur la Station Spatiale Internationale (Noguchi *et al.*, 2006).

Le degré d'altération des projectiles est tout d'abord étudié par Bunch *et al.* (1991) qui relèvent une diminution de la taille des grains impacteurs. Ils assignent incorrectement cette diminution à l'accélération lors du tir des projectiles et à leurs collisions durant le vol vers la cible. Ils reportent aussi la présence d'une couronne de densité différente autour des grains attribuée à la fusion de la particule et de l'aérogel environnant. Peu après, Barrett *et al.* (1992) montrent que de la matière se dépose tout au long de la trace de décélération donnant alors une explication à la perte de masse observée durant la collecte. Ils montrent également que certaines phases minérales subissent d'importantes modifications thermiques et chimiques durant l'impact. Ces modifications sont variables en fonction de la nature des phases, de la densité de l'aérogel et de la vitesse d'impact.

Durant la période de préparation de la mission Stardust, des études plus fines sur les particules collectées sont effectuées, notamment par microscopie électronique en transmission. Par exemple, Zolensky *et al.* (1994) ont réalisé des expériences d'impact avec de l'olivine, de l'enstatite et de la pyrrhotite. Ils ont observé que l'olivine faisait partie des échantillons les plus résistants mais qu'elle présente tout de même des zones périphériques de mélange avec l'aérogel. L'olivine peut être partiellement préservée jusqu'à une vitesse d'impact de 8 km.s^{-1} . La caractérisation de la microstructure n'est pas réalisée dans cette étude. L'olivine utilisée dans leur expérience contenait un peu de serpentine. Il semble que cette dernière phase se déshydrate durant la collecte, ce qui montre que les échantillons sont portés à une température élevée. Zolensky *et al.* (1994) ont aussi reporté la volatilisation de soufre lors d'impacts de grains de pyrrhotite. Plus récemment, Hörz *et al.* (1998) et Burchell *et al.* (1999, 2001) ont constaté d'importantes réductions de quantité de matière, jusqu'à une perte de la moitié de la masse initiale. Burchell *et al.* (1999) ont montré que

les olivines de 100 μm de diamètre capturées à $5,3 \text{ km.s}^{-1}$ dans un aérogel de densité de $92,5 \text{ kg.m}^{-3}$ ont conservé de 60 à 80% de leur masse initiale tandis qu'elle diminue à 20% pour des olivines de l'ordre de 300 μm de diamètre. Ils suggèrent alors que la collecte dans l'aérogel est plus efficace pour les petites particules.

Les recherches qui ont suivi se concentrent sur la détermination plus détaillée des régimes de température et de pression qu'ont subi les particules impactantes. Noguchi *et al.* (2007) ont effectué des impacts en utilisant des cibles d'aérogel de densité allant jusqu'à 30 kg.m^{-3} (celui de Stardust est estimé à environ 20 kg.m^{-3} en moyenne, Burchell *et al.* (2009)). Les modifications minéralogiques des projectiles capturés à 6.18 km.s^{-1} indiquent que leur température a excédé 500°C pendant au moins une microseconde. De même, Burchell *et al.* (2009) ont montré que des projectiles de 500 μm de diamètre en acier inoxydable, capturé dans un aérogel de densité de 30 kg.m^{-3} , à une vitesse de 5 km.s^{-1} montrent des indices de fusion qui révèlent des températures supérieures à 1400°C . Ils mentionnent aussi une ablation significative des projectiles. Hörz *et al.* (2008, 2009) ont eux aussi effectué des tirs dans l'aérogel (de densité 20 kg.m^{-3}) mais cette fois avec des billes d'alumine (Al_2O_3) de diamètre de 60 μm avec une vitesse de 6 km.s^{-1} . Les échantillons ont subi de l'ablation et de la fusion, indiquant des pics de température estimés supérieurs à 2054°C avec environ 25% de masse perdue durant l'épisode de collecte. Il est important de préciser que ces températures très élevées ne concernent pas tout le volume des grains mais seulement une zone périphérique d'épaisseur variable. L'étude des interfaces cristal/amorphe des olivines collectées par tir expérimental durant ce travail révèle quant à elle une température à la périphérie des particules de l'ordre de 1750°C (voir section 3.4.1.1 page 133). L'ensemble de ces résultats s'accorde donc sur des régimes de température très élevés durant la collecte, en particulier pour les zones périphériques des grains. Il est important de noter qu'aucune expérience n'a été réalisée avec des agrégats à grains fins, essentiellement à cause de difficultés techniques. En effet, ces agrégats ne supporteraient pas l'accélération dans le canon à poussières. Au regard des expériences réalisées avec des gros grains (typiquement 50 μm ou plus), on peut supposer que les agrégats à grains fins soient moins résistants.

L'étude des modifications de minéraux hydratés tels que la serpentine est abordée dans un premier temps par Zolensky *et al.* (1994) puis plus précisément par Okudaira *et al.* (2004, 2005) et Noguchi *et al.* (2007). Zolensky *et al.* (1994) montrent que 10 à 100% du matériau initial est collecté sans dommage dans l'aérogel pour des tirs à 6 km.s^{-1} . Il n'y aurait donc pas de déshydratation des phyllosilicates. La préservation de la texture en feuillets a été confirmée par microscopie électronique à transmission (Barrett *et al.*, 1992). Il faut toutefois mentionner qu'il s'agit d'expériences réalisées avec des projectiles monocristallins de tailles importantes (plusieurs dizaines de micromètres). Noguchi *et al.* (2007) ont montré que la périphérie des grains a été fondue, ce qui peut laisser présager que les phyllosilicates à petits grains pourraient être endommagés. Nous reviendrons sur ce thème au cours de la discussion.

Dans la plupart des expériences de tir en laboratoire, les tailles de grains ne sont pas représentatives de ce qui est observé dans les échantillons de Stardust. Ils sont généralement de taille supérieure à 50 μm alors que les particules cométaires sont manifestement constituées d'agrégats dont les entités individuelles sont souvent inférieures au micromètre. Il est alors difficile de transposer ces

résultats aux échantillons de Stardust. Il serait intéressant d'étudier le comportement d'agrégats constitués de petits cristaux de silicates et de sulfures de fer, voire de matériau amorphe, liés par de la matière organique. Ce type d'expérience a été réalisé par Kearsley *et al.* (2009) qui ont réussi à tirer des agrégats sans qu'ils se détruisent au moment de l'accélération. Cependant la collecte est réalisée dans des feuilles d'aluminium, semblables à celles présentes sur les armatures du collecteur. Ils ont utilisé différents assemblages liés par de l'acrylique contenant entre autres des olivines, des pyroxènes, des sulfures de fer et des phyllosilicates. Cette étude est surtout consacrée à la morphologie des cratères. Leur objectif est d'affiner les calibrations liant la structure initiale des particules à la forme des cratères (diamètre, profondeur, morphologie). La collecte de ce type d'échantillons dans de l'aérogel est une perspective intéressante.

4.1.2 Approche théorique :

Deux aspects principaux font l'objet d'une approche théorique : lier la morphologie des traces de décélération aux propriétés des particules incidentes (densité, volume, vitesse) et déterminer les conditions de pression et de température que subit une particule durant sa capture.

L'approche la plus simple pour aborder le problème de la température est de considérer un grain sphérique homogène collecté dans un aérogel lui aussi homogène. L'énergie cinétique vaut alors :

$$E_C = \frac{1}{2}mv^2 \text{ avec } m = \rho V$$

On relie par ailleurs la décélération à la longueur de la trace par :

$$\gamma = \frac{v_0^2}{2l}$$

En prenant la vitesse initiale $v_0 = 6,1 \text{ km.s}^{-1}$, $t_f = \frac{v_0}{\gamma}$ et $l=1\text{mm}$, on trouve $\gamma \approx 1,9.10^{10} \text{ m.s}^{-2}$ et $t_f \approx 3,10^{-7} \text{ s}$.

Le temps imparti pour dissiper la chaleur est très court, de l'ordre de la microseconde. Si on utilise la chaleur spécifique d'un silicate ($C=1050 \text{ J.kg}^{-1}\text{K}^{-1}$) et que l'on considère que toute l'énergie cinétique est dissipée sous forme de chaleur dans l'impacteur, on obtient :

$$\frac{1}{2}mv_0^2 = mC\Delta T \Leftrightarrow \Delta T = \frac{\eta v_0^2}{2C} \approx 18\,000 \text{ K}$$

Cette valeur de température est élevée et amènerait à l'évaporation complète du matériau. Elle ne reflète bien évidemment pas la réalité mais elle donne un point de comparaison de l'énergie à dissiper sur moins d'un centimètre en quelques microsecondes. En effet cette première approche présente de nombreuses lacunes : elle considère que toute l'énergie cinétique est évacuée sous forme de chaleur dans l'impacteur, ce qui n'est pas le cas. En effet l'aérogel dissipe une grande partie de cette énergie, d'une part sous forme d'un échauffement mais aussi par la compression mécanique de son armature nanométrique à grande porosité. Modéliser ce type de capture dans l'aérogel est bien plus complexe.

L'approche de Anderson & Ahrens (1994) simule la capture dans un matériau de faible densité en dissipant l'énergie cinétique le long de la trace de décélération à la fois dans la particule et dans l'aérogel ainsi qu'en incluant également les contributions d'ablation et de fragmentation de la particule. Ils négligent cependant tout traitement des mécanismes physiques responsables de la formation de la cavité. Ils montrent que les grains peuvent survivre à cette collecte mais que l'altération thermique est inévitable tout comme par la suite l'illustrent aussi les études de Trucano & Grady (1995), Anderson (1998) et Domínguez *et al.* (2004). Un modèle prenant en compte la vaporisation de la silice lors de l'impact a été proposé par Kadono (1999) et Dominguez (2009). Dominguez (2009) a effectué des calculs théoriques permettant d'obtenir l'évolution du diamètre du bulbe de la trace de décélération ainsi que sa température en fonction du temps. Après 0,2 microseconde, la température des murs décroît vers 1000K. Ces modèles sont difficiles à exploiter car il existe beaucoup de paramètres variables qui ne sont pas pris en compte tel que le transfert de chaleur entre l'aérogel et la particule ou la quantité de perte des gaz lors de la vaporisation de l'aérogel qui peuvent influencer sur la morphologie de la trace de décélération.

La pression dynamique a quant à elle été calculée par Trigo-Rodríguez *et al.* (2008). Dans les conditions de collecte de la sonde Stardust, ils l'ont évalué à environ 300 MPa ce qui est très largement suffisant pour briser les agrégats des particules et déposer de la matière le long de la trace de décélération. En effet, c'est une valeur très supérieure à la résistance mécanique des poussières de type agrégat, estimée à environ 0.01 MPa dans les IDPs (Blum *et al.*, 2006; Trigo-Rodríguez & Blum, 2009).

4.1.3 Morphologie des traces de décélération

C'est en comparant les approches expérimentales aux différents modèles théoriques que Trigo-Rodríguez *et al.* (2008) et Burchell *et al.* (1999, 2001, 2008) ont effectué des calibrations reliant la forme et la taille de la cavité des bulbes aux différentes propriétés des objets impactants (vitesse, densité, taille) dans des aérogels de densités différentes. Les particules utilisées sont des billes de polymères, de verre ou de métal. Le diamètre d'entrée, la largeur du bulbe et le volume de la cavité permettent d'obtenir le diamètre de la particule initiale ainsi que l'énergie cinétique évacuée durant l'impact, permettant alors d'en déduire sa masse puis sa densité (Burchell *et al.*, 2008). Deux exemples de courbes de calibration sont représentées sur la figure 4.1.

En ce qui concerne les échantillons que nous avons étudiés, les traces de décélération n°69 et 32 sont de type B. La trace de décélération n°80 est aussi de type B toutefois son bulbe est très large et peu de particules terminales émergent, le plaçant quasiment en type C. Ces configurations suggèrent des particules initiales peu denses notamment pour la trace n°80. Elles étaient probablement toutes constituées d'un agrégat assez peu cohésif (Hörz *et al.*, 2006; Burchell *et al.*, 2008; Trigo-Rodríguez *et al.*, 2008). La taille des particules incidentes, leur masse et donc leur densité sont calculés et présentées dans la table 4.1.

Prenons l'exemple de la trace 80. Son volume est d'environ 7 mm³. La courbes b de la figure 4.1 donne une énergie cinétique correspondante qui de 12±4 mJ. Si l'on considère la vitesse d'impacte de 6,1 km.s⁻¹, on en déduit la masse de la particule incidente de 6,5 ± 2.1 × 10⁻¹⁰ kg.

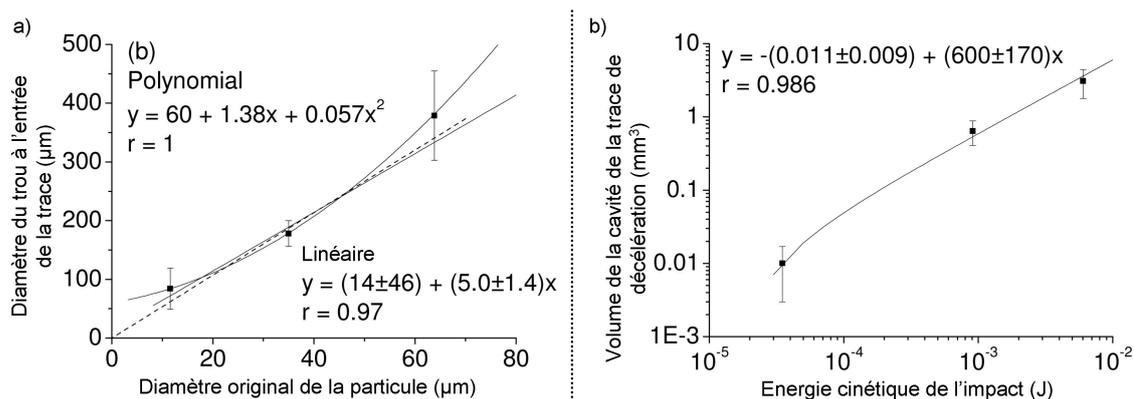


FIGURE 4.1 – Courbes de calibration des traces de décélération : a) Diamètre moyen du trou d'entrée de la particule dans l'aérogel en fonction du diamètre de la particule incidente ; b) Moyenne estimée du volume de la cavité de trace de décélération en fonction de l'énergie cinétique de la particule incidente. Courbes d'après Burchell *et al.* (2008).

Le diamètre d'entrée du bulbe est d'environ 410 μm correspondant à un diamètre de particule d'environ 67 μm . Cette taille déduite possède une grande incertitude. Elle nous permet de déduire une densité de $4100 \pm 1300 \text{ kg.m}^{-3}$. Ceci semble très élevé pour un agrégat poreux. La détermination des caractéristiques géométriques des particules à partir de la forme des traces de décélération ne semble pas être une voie bien adaptée pour les matériaux très peu cohésifs constituant les échantillons de Stardust.

Trace	69	32	80
Volume de la trace (mm ³)	≈9	≈7	≈7
Energie cinétique correspondante (mJ)	16±5	12±4	12±4
Masse déduite de la particule (kg)	8,6 ± 2,7 × 10 ⁻¹⁰	6,5 ± 2,1 × 10 ⁻¹⁰	6,5 ± 2,1 × 10 ⁻¹⁰
Diamètre du trou à l'entrée de la trace (µm)	500	370	410
Diamètre déduit de la particule incidente (µm)	77	62	67
Densité calculée de la particule incidente (kg.m ⁻³)	3600 ± 1100	5200 ± 1700	4100 ± 1300

TABLE 4.1 – Caractéristiques des particules incidentes des différentes traces de décélération étudiées. Le volume de la trace ainsi que le diamètre du trou d'entrée sont des valeurs mesurées. L'énergie cinétique, le diamètre de la particule ainsi que sa densité sont des valeurs calculées en utilisant les courbes de calibration de Burchell *et al.* (2008).

4.2 Interprétation des microstructures observées dans les particules terminales

Les différentes phases rencontrées ainsi que les défauts structuraux mis en évidence sont des indicateurs précieux de l'histoire du matériau cométaire. Les conditions de formation et/ou d'évolution sont généralement identifiables par des marqueurs précis. Les silicates représentent la composante minérale majoritaire des échantillons de Stardust. Par exemple, parmi 26 traces analysées par des équipes internationales pour les observations de la phase préliminaire, 8 sont dominées par de l'olivine, 7 par des pyroxènes et 3 par un taux égal d'olivine et de pyroxène (Zolensky *et al.*, 2008b). De part leurs microstructures et leurs compositions, ces silicates révèlent différentes histoires thermiques, probablement dues à des origines différentes. Dans cette section nous discuterons des informations obtenues grâce au grain de diopside exsolvé de l'échantillon C2027-2-69-2, de l'orthoenstatite des échantillons C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2 ainsi que de la pigeonite maclée de l'échantillon C20272-2-69-1.

4.2.1 Signature ignée

Le grain de diopside étudié dans l'échantillon C2027-2-69-2 est constitué d'une microstructure d'exsolution faite d'une alternance de domaines d'une phases riche (diopside) et d'une phase pauvre (pigeonite) en calcium parallèles aux plans (001) (paragraphe 3.1.3.2 page 83). La composition moyenne du grain et sa microstructure sont révélateurs d'un mécanisme de formation par refroidissement depuis un liquide, c'est à dire avec un processus de formation igné. Considérons le

diagramme de phase binaire $Mg_2Si_2O_6 - CaMgSi_2O_6$ (Fig. 4.2). La cristallisation d'un liquide initialement proche du pôle magnésien mais contenant un peu de calcium aboutit en premier lieu à la cristallisation d'enstatite, donc une phase pauvre en calcium (étape 1, sur la figure 4.2). En refroidissant, la solubilité du calcium dans l'enstatite n'évolue que très peu et le liquide résiduel s'enrichit en Ca (étape 2). Le grain étudié dans cet assemblage comprend en moyenne environ 32 mol.% de $CaSiO_3$ ce qui est compatible avec une température de cristallisation d'environ 1400°C (étape 3). Durant le refroidissement ultérieur, le cristal ainsi formé entre dans le domaine d'immiscibilité entre une phase riche en calcium (diopside) et celle pauvre en calcium (pigeonite) (étape 4). De la pigeonite est donc exsolvée sous forme de lamelles dans les plans (001) dans une matrice de diopside qui est, elle, enrichie en calcium. Ces deux phases ont la même structure cristalline monoclinique. Elles ne diffèrent que par de légères variations de leurs paramètres de maille en fonction du pourcentage de calcium dans la structure. Le mécanisme d'exsolution subsolidus est initié par une décomposition spinodale ou un processus de nucléation croissance (McCallister & Yund, 1977; Grove, 1982; Jantzen, 1984). Les grains d'enstatite adjacents issus de la première cristallisation et contenant peu de calcium ne présentent pas d'exsolution car la solubilité du calcium est quasiment constante.

Ce processus d'exsolution est contrôlé par les vitesses de diffusion des cations sur les sites octaédriques des structures cristallines. La séparation des phases est donc dépendante du temps et de la température. L'épaisseur des lamelles d'exsolution peut alors être utilisée afin d'estimer la vitesse de refroidissement du solide cristallisé (Champness & Lorimer, 1971; Takeda *et al.*, 1975; Lally *et al.*, 1975; Grove, 1982; Schwartz & McCallum, 2005; Weinbruch & Müller, 1995; Weinbruch *et al.*, 2001; Watanabe *et al.*, 1985; McCallister & Nord, 1981; Leroux *et al.*, 2004). L'évolution de l'épaisseur des lamelles a été calibrée expérimentalement en effectuant des recuits isothermes ou durant des refroidissements continus. (Grove, 1982; Weinbruch *et al.*, 2001, 2003, 2006). Ces données concernent des compositions proches de celles de nos échantillons (McCallister, 1978; Weinbruch *et al.*, 2003, 2006). Les vitesses de refroidissement sont alors exprimées dans un diagramme Temps-Température Transformation (TTT) (Fig. 4.3). La périodicité observée dans l'échantillon de Wild2 est de 25 nm. Ceci correspond à une vitesse de refroidissement de l'ordre de 10 à 100°C/h pour des températures comprises entre 1350 et 1200°C. A plus basse température, les processus de diffusion sont trop lents pour qu'il y ait croissance des lamelles.

Ces assemblages de phases associés à des processus d'exsolution sont des témoins de formation par processus igné. Ce type de microstructure est observé dans les roches provenant d'astéroïdes différenciés (comme par exemple les eucrites ou les ureilites), de la cristallisation de magmas de planètes différenciées (par exemple Mars) ou de chondres. Dans les deux premiers cas, les lamelles sont de plus grande périodicité à cause des vitesses de refroidissement très lentes (Takeda *et al.*, 1975; Leroux *et al.*, 2004; Schwartz & McCallum, 2005). La faible périodicité des lamelles du grain de Wild2 rend peu probable une origine par écoulement magmatique. Le grain exsolvé s'apparente davantage à un fragment de chondre.

Des exolutions dans les pyroxènes riches en calcium provenant de chondres ont été observées dans des pyroxènes calciques pauvres en fer de la chondrite Allende (CV3). La périodicité des lamelles est comprise entre 25 et 33 nm (Weinbruch & Müller, 1995). D'autres phases d'origine ignée ont été

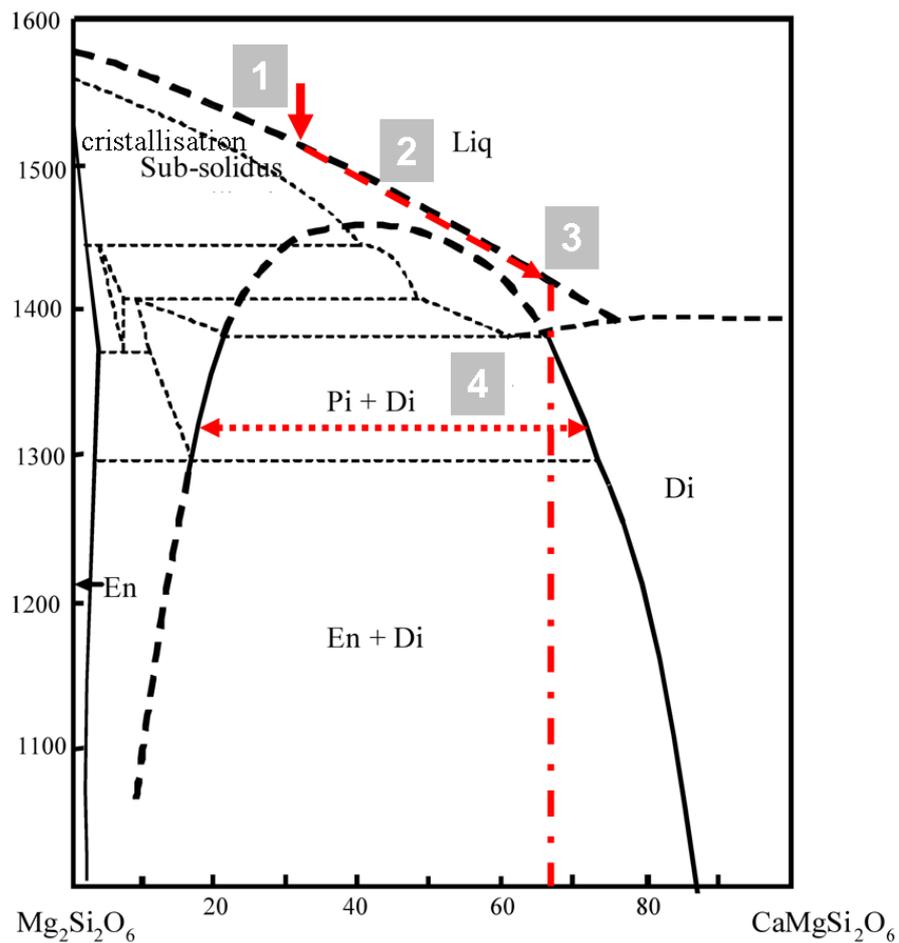


FIGURE 4.2 – Diagramme de phase $Mg_2Si_2O_6$ - $CaMgSi_2O_6$ simplifié depuis (Carlson, 1988). Les pointillés fins indiquent le détail du diagramme amenant à la formation d'enstatite et de diopside depuis la phase liquide (étape 1 et 2). La zone d'immiscibilité est représentée par le pointillé plus épais. Le processus d'exsolution sub-solidus est représenté par la flèche et prend place dans cette zone d'immiscibilité (étape 3). La phase diopside s'enrichit en calcium exprimant ainsi les lamelles de pigeonite appauvries en cet élément (étape 4).

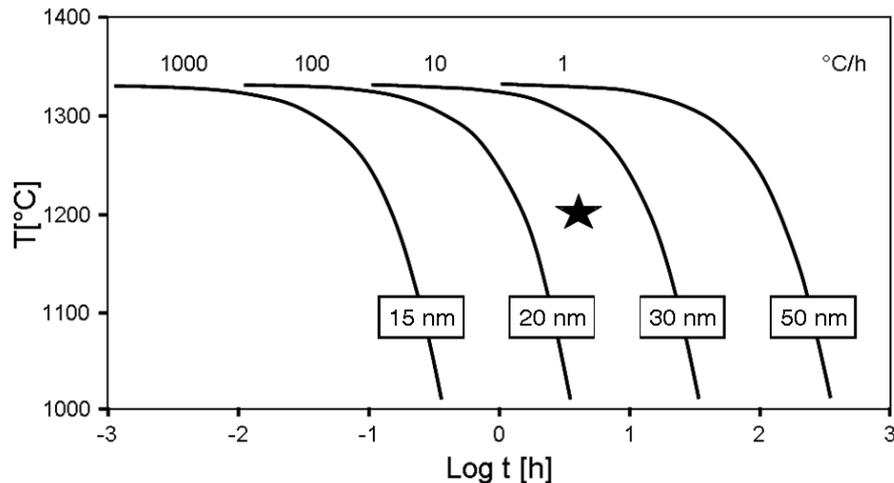


FIGURE 4.3 – Diagramme Temps-Température-Transformation indiquant l'évolution de la périodicité des lamelles d'exsolution diopside-pigeonite en fonction du temps et de la température de refroidissement. Les courbes correspondent à des vitesses de 1000, 100, 10 et 1 °C/h pour des périodes de lamelles données en nanomètre. En relation avec le diagramme binaire de la figure 4.2, le processus d'exsolution commence à 1350 °C et se termine à 1200 °C. La période relevée de 25 nm correspond donc à une vitesse de refroidissement de 10-100 °/h (représenté par l'étoile).

caractérisées dans les échantillons de Stardust. Nakamura *et al.* (2008b) ont mentionné la présence de quatre particules cristallines provenant de Wild2, apparemment formées par un flash de haute température, qui ont une texture, une minéralogie et une composition isotopique comparable aux chondres des météorites chondritiques. Joswiak *et al.* (2009) ont caractérisé des pyroxènes riches en calcium contenant du sodium et du chrome. Ces pyroxènes sont associés à des olivines riches en fer, des spinelles riches en chrome ainsi que des verres d'aluminosilicates. Ces assemblages sont typiques de textures ignées formées lors de la cristallisation d'un liquide.

Ces témoins d'origine ignée démontrent que des grains possédant des caractéristiques comparables aux chondres des météorites sont présents dans les zones externes et froides du disque protoplanétaire. Les différents témoins de ces processus ainsi que la découverte de CAIs (Brownlee *et al.*, 2008; Simon *et al.*, 2008) suggèrent que ces phases ont été formées dans les zones internes du disque puis redistribuées vers les zones externes (Brownlee *et al.*, 2006; Zolensky *et al.*, 2006). Il ne faut cependant pas exclure la possibilité que des événements thermiques brefs et intenses puissent également se produire dans les zones lointaines, au delà de Jupiter.

4.2.2 Les lamelles de clinostatite dans l'orthostatite

La microstructure dominante de l'enstatite des échantillons C2027-2-62-2 et C2027-3-32-2 est constituée d'une matrice hôte d'orthostatite contenant des lamelles de clinostatite dans les plans (100). Les lamelles de clinostatite sont en nombre pair et le rapport clinostatite/orthostatite est d'environ 20% (paragraphe 3.1.3.2 page 81).

La revue de Buseck *et al.* (1980) répertorie les différents mécanismes amenant à la formation de ces lamelles. Ces différents mécanismes de formation peuvent être différenciés par les caractéristiques

des lamelles de clinostatite.

Refroidissement de la phase haute température, la protoenstatite : Pour les domaines de composition considérés (jusqu'à ≈ 20 at.% en fer), il existe une phase orthorhombique stable à haute température : la protoenstatite (de paramètres de maille $a=9,30$ Å, $b=8,90$ Å, $c=5,35$ Å et de groupe spacial Pbcn) (Fig. 4.4). Les phases protoenstatite, orthoenstatite et clinostatite se distinguent essentiellement par leur séquence d'empilement dans les plans (100). Pour décrire ces séquences, on scinde l'empilement des plans (100) en blocs structuraux communs aux trois structures et passant par les chaînes adjacentes de SiO_3 (Fig. 4.5). Les blocs peuvent avoir deux orientations + et - en fonction de l'arrangement respectif des chaînes de tétraèdres les bordant. La structure de la phase protoenstatite est constituée de l'alternance + et - des blocs, celle de la structure orthoenstatite de l'alternance + + / - - et celle de la clinostatite de l'alternance - - - - ou + + + +, aboutissant à deux individus maclés suivant (100) pour la clinostatite (voir pigeonite maclée). La dimension du bloc élémentaire suivant a^* vaut environ 4,5 Å. Pour la structure protoenstatite, on retrouve donc un empilement des plans (100) de 9 Å, pour la protoenstatite un empilement double de 18 Å et pour la clinostatite un empilement à 9 Å comme pour la protoenstatite. La transformation par refroidissement de la protoenstatite en orthoenstatite est lente, reconstructive, nécessitant le déplacement coordonné de paires de couches d'octaèdres entre les chaînes de tétraèdres (Smyth, 1974). A contrario, la transformation de la protoenstatite en clinostatite est rapide, sans diffusion d'atomes et réversible. Il s'agit en fait d'une transformation de type martensitique et le taux de complétion de la réaction dépend de la température mais pas du temps. Si la transformation de la protoenstatite en clinostatite n'est pas assistée par de la contrainte, il n'y a aucune raison de favoriser un variant de clinostatite plutôt que l'autre, et on les trouvera en proportion égale. Le nombre de lamelles (100) des domaines clinostatite pourra être pair ou impair puisqu'une lamelle de protoenstatite donne une lamelle de clinostatite.

Brearley *et al.* (1993) ont réalisé des expériences de refroidissement depuis le champ de stabilité de la protoenstatite pour des vitesses de refroidissement comprises entre 2 et 10 000°C/h. Ils ont observé une transformation toujours partielle de la protoenstatite en orthoenstatite. De la clinostatite est également formée. La proportion de domaines de clinostatite est fonction de la vitesse de refroidissement.

Transformation mécanique de l'orthoenstatite en appliquant une contrainte lente ou lors d'un choc : Dans ce cas, les domaines de clinostatite contiennent un nombre pair de mailles monocliniques puisqu'une maille d'orthoenstatite (+ + - -) formera deux mailles de clinostatite (- - - -) ou (+ + + +) le long des plans (100) (Fig. 4.5). Cette transformation se fait grâce au glissement de dislocations partielles dans les plans (100). Pour la formation par choc, il se forme en supplément des lamelles de clinostatite qui peuvent être maclées selon (100), maclage qui n'est pas attendu pour les déformations lentes (Ashworth & Barber, 1975; Ashworth, 1985; Langenhorst *et al.*, 1995; Leroux, 2001).

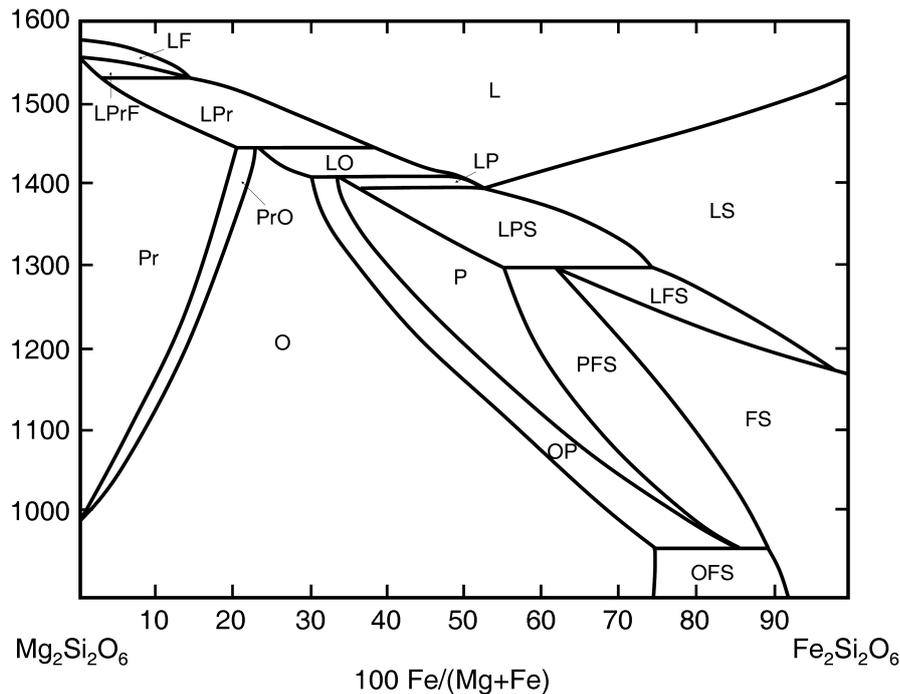


FIGURE 4.4 – Diagramme binaire des pôles purs enstatite-ferrosilite. Diagramme adapté depuis Huebner & Turnock (1980). Abréviations : “O” : orthopyroxène ; “Pr” : protopyroxène ; “Fs” : ferrosilite. On remarque que jusqu’à 25-30% de fer, la température de transition orthoenstatite-protoenstatite augmente.

Transformation lente et statique de l’orthoenstatite : La phase stable à basse température étant la clinoenstatite, l’orthoenstatite se transforme naturellement en clinoenstatite à basse température. Dans ce cas le nombre de mailles monocliniques le long des plans (100) est pair. Les proportions entre ces deux phases varient en fonction de l’avancement de la réaction. Cette cinétique est très lente (Smyth, 1974).

Bilan : La microstructure très régulière (mailles monocliniques en nombre paire le long des plans (100) dans les lamelles) observée dans les échantillons C2027-2-62-2 et C2027-3-32-2 ne peut pas être associée à une trempe de la protoenstatite qui aboutirait à des domaines à nombre pair ou impair de lamelles de clinoenstatite. Une proportion de 20% volumique de lamelles de clinoenstatite tel qu’il est observé dans nos échantillons nécessiterait une vitesse de refroidissement inférieure à 1°C/h (Brearley *et al.*, 1993). Les mécanismes possibles sont donc plutôt ceux issus de la transformation de l’orthoenstatite, par sollicitation mécanique ou de basse température dans le champ de stabilité de la clinoenstatite. Dans nos échantillons, les lamelles ne traversent pas nécessairement tout le volume des grains et des dislocations coins sont observées à l’extrémité des lamelles effectuant la jonction entre la structure monoclinique et la structure orthorhombique (paragraphe : 3.1.3.2 page 84). Ceci est accord avec la formation des lamelles de clinoenstatite depuis la phase orthoenstatite, par glissement de dislocations partielles dans le plan (100). Si de la contrainte mécanique a assisté ce glissement, elle n’a pas pu être très élevée. On aurait dans ce cas observé une proportion plus importante de domaines de clinoenstatite avec du maillage dans

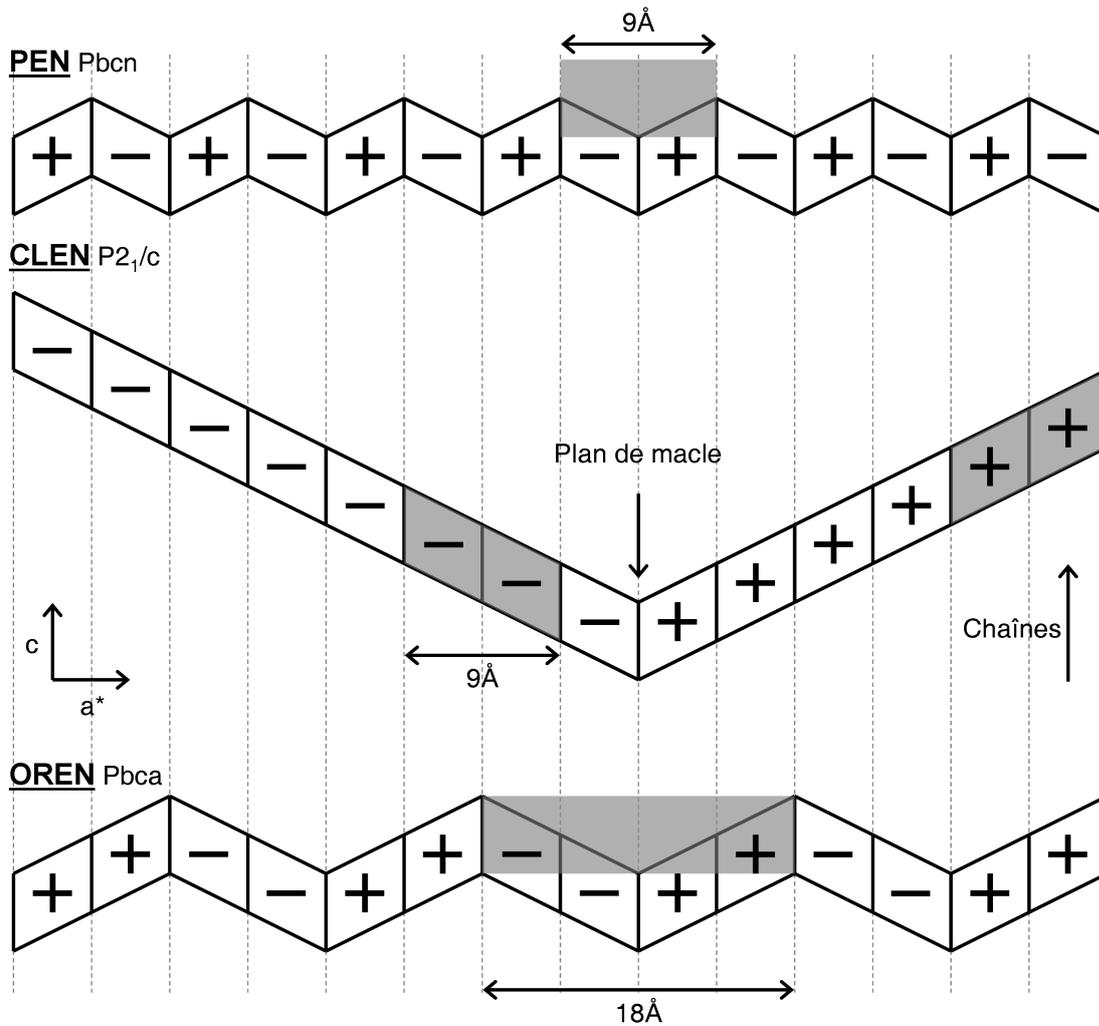


FIGURE 4.5 – Schéma des structures protoenstatite (PEN), clinoenstatite (CLEN) et orthoenstatite (OREN) projetées selon la direction [010]. Les parallélogrammes sont utilisés pour illustrer les différentes orientations prises par les blocs structuraux communs aux trois structures et passant par les chaînes adjacentes de SiO₃. Les blocs peuvent avoir deux orientations + et - en fonction de l'arrangement respectif des chaînes de tétraèdres les bordant. Les cellules grises représentent les plus petites unités identiques qui se répètent, donc la maille élémentaire.

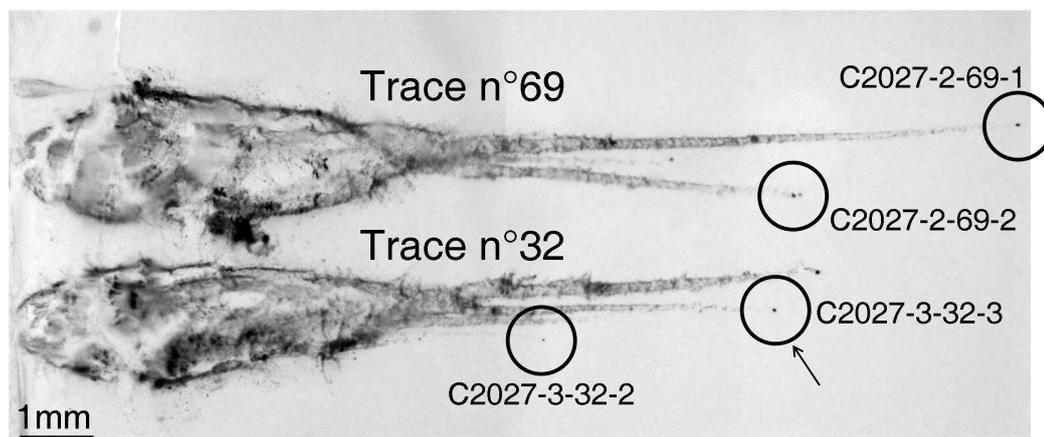


FIGURE 4.6 – Localisation de la particule terminale C2027-3-32-3.

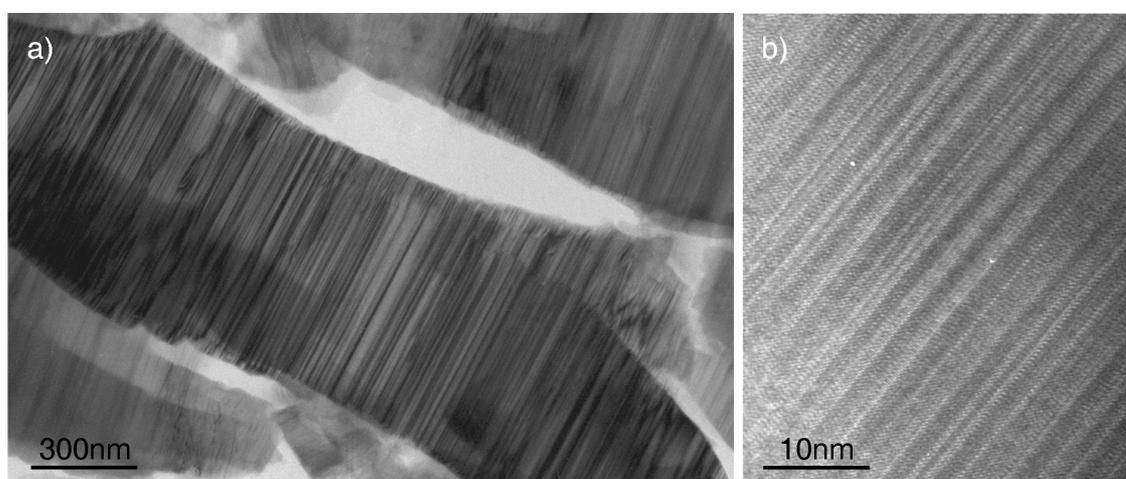


FIGURE 4.7 – a) Image en champ clair et cliché de diffraction électronique associé d'un grain d'orthoenstatite du grain n°3 de la trace n°32. Les grains constituant cet échantillon présentent une grande densité ($\approx 50\%$) lamelles de clinoenstatite dans les plans (100). b) Image en haute résolution de lamelles de clinoenstatite de ce même échantillon. Photos par Falko Langenhorst de l'université de Bayreuth.

les plans (100).

F. Langenhorst (université de Bayreuth) a caractérisé la microstructure de la particule C2027-3-32-3 qui est une autre particule terminale de la trace n°32 (Fig. 4.6). Il s'agit aussi d'enstatite, de composition $\text{En}_{94-95} \text{Wo}_{2-3} \text{Fs}_{2-4}$, très proche de ce qui est caractérisé pour la particule voisine C2027-2-32-2. La microstructure montre cette fois une proportion de lamelles de clinoenstatite beaucoup plus élevée, d'environ 50% (Fig. 4.7a). Les images en haute résolution révèlent la présence de lamelles de clinoenstatite en nombre pair et impair (Fig. 4.7b). Contrairement au cas précédent, ce type de microstructure est compatible avec un refroidissement rapide depuis la phase protoenstatite. La proportion de domaines de clinoenstatite nécessiterait alors un refroidissement depuis la phase protoenstatite compris entre 10 et 100°/h (Brearley *et al.*, 1993).

Schmitz & Brenker (2008) ont étudié la particule C2027-3-32-3, identique à celle caractérisée par

F. Langenhorst. Leurs échantillons sont des tranches de coupe microtome différentes. Ils présentent la même microstructure faite de nombreuses alternances de lamelles de clinoenstatite en nombre pair et impair dans une matrice d'orthoestatite. La microstructure est également interprétée comme étant issue d'un refroidissement depuis la phase protoestatite avec une vitesse de $10^\circ/\text{h}$ depuis 1000°C . Les auteurs suggèrent que la particule aurait été formée dans une région proche du soleil puis envoyée dans les zones froides de formation des comètes.

Effet de la collecte ? Il ne semble pas que le bref régime haute température associé à la collecte ait pu avoir un effet notable sur les microstructures observées. En effet, si les échantillons ont pu être portés dans le domaine de stabilité de la phase protoestatite pendant le régime haute température associé à la collecte, il faut tenir compte de la vitesse de transformation entre les phases orthostatite et protoestatite d'une part et clinoenstatite et protoestatite d'autre part pour pouvoir en apprécier l'influence (Smyth, 1974). La transformation orthostatite/protoestatite est très lente tandis que la transformation clinoenstatite/protoestatite est très rapide. Pour les échantillons C2027-2-62-2 et C2027-3-32-2, un passage rapide dans le domaine protoestatite n'aurait donc pas modifié l'allure globale de la microstructure, majoritairement faite d'orthoestatite. Seuls auraient pu l'être les domaines de clinoenstatite (maclage et parité du nombre de lamelles). En particulier, si le passage dans le domaine de la protoestatite avait eu lieu, on observerait indifféremment un nombre pair ou impair de lamelles après le refroidissement rapide postérieur à la collecte. Ce n'est pas le cas sur les échantillons observés.

4.2.3 La pigeonite maclée

La pigeonite de l'échantillon n°1 de la trace 69 contient une forte densité de macles dans les plans (100) (paragraphe : 3.1.2.2 page 72). Le maclage (100) dans les clinopyroxènes peut également être obtenu par plusieurs mécanismes :

Trempe depuis la phase de haute température protopyroxène : Les grains de pigeonite maclée étudiés ont des compositions comprises dans l'intervalle $\text{En}_{72-78} \text{Wo}_{2-6} \text{Fs}_{17-24}$. Les pyroxènes à faible teneur en calcium compris entre En_{80} et En_{100} présentent à haute température une phase protopyroxène stable (Fig. 4.4)(Huebner, 1980). Pour la composition ici relevée, la phase protoestatite est stable à partir de 1400°C environ. Ainsi que nous l'avons décrit précédemment, la trempe rapide de protopyroxène, amène à la formation de clinopyroxène contenant de fins domaines maclés dans les plans (100) (Müller *et al.*, 1994; Smith, 1959; Smyth, 1974; Brearley *et al.*, 1993). Cette transition est de type martensitique et s'opère sans diffusion. Le cisaillement de la cellule dû aux contraintes thermiques induit l'inversion des domaines protoestatite en domaines monocliniques afin de minimiser l'énergie globale du système. Cette transition est spontanée et réversible. Ceci nécessite néanmoins un refroidissement rapide (Smyth, 1974). Cette transition a été observée à la fois expérimentalement (Shimobayashi *et al.*, 1998) et dans les objets naturels tels que les chondres (Kitamura *et al.*, 1983).

Déformation plastique : Deux systèmes de maclage mécanique par déformation plastique ont été identifiés dans les clinopyroxènes par Griggs *et al.* (1960) dans les plans (100) et (001). Pour des températures comprises entre 400 et 1200°C, des pressions inférieures à 2 GPa et des vitesses de déformation comprises entre 10^{-2} et 10^{-5} s⁻¹, ces deux systèmes coexistent (Griggs *et al.*, 1960; Raleigh, 1967; Kirby & Christie, 1977; Avé Lallemant, 1978; Kirby & Kronenberg, 1984). L'étude structurale d'éprouvettes déformées a permis de mettre en évidence que le maclage dans (100) pouvait être produit par un cisaillement de vecteur $\vec{c}/2$ des couches octaédriques dans les plans (100) entraînant des réarrangements des couches tétraédriques adjacentes. Dans ce cas, les domaines maclés sont bordés de dislocations partielles. Les macles des plans (001) résulteraient d'un mécanisme de pliage suivant ces plans (001) (Kirby & Christie, 1977).

Lors de chocs : Les macles dans le clinopyroxène sont également observées dans les phases choquées (Hornemann & Müller, 1971; Ashworth, 1980; Müller, 1993; Langenhorst *et al.*, 1995; Leroux *et al.*, 1994, 2004). Dans ce cas, les pics de pression sont souvent très intenses (plusieurs dizaines de GPa). Deux familles de macle sont observées, dans les plans (100) et dans les plans (001). Les macles (100) sont présentes avec des épaisseurs typiques d'une cinquantaine de nanomètres. Toutefois les lamelles maclées sont espacées les unes des autres, avec une densité qui dépend de l'intensité du choc. Malgré tout, la proportion de domaines maclés reste toujours très inférieure à celle du cristal hôte, y compris pour les chocs de très forte intensité. De plus leurs parois sont bordées par des dislocations partielles de vecteur de Burgers $1/2[001]$ (Leroux *et al.*, 1994). Les macles dans les plans (001) sont moins abondantes et plus épaisses (entre 100 et 500 nm) (Hornemann & Müller, 1971; Leroux *et al.*, 1994). Elles ne présentent pas de dislocations partielles au niveau de leurs interfaces. Ces microstructures sont observées dans certaines météorites (Ashworth, 1985; Müller, 1993; Langenhorst *et al.*, 1995; Leroux *et al.*, 1994; Leroux, 2001), et dans des échantillons de diopside choqués expérimentalement (Hornemann & Müller, 1971; Leroux *et al.*, 1994).

Dans l'échantillon de pigeonite que nous avons étudié, les macles sont présentes en grande densité avec une alternance assez régulière et une proportion égale pour les deux orientations. Il n'y a pas de dislocations partielles dans les parois. La grande proportion de domaines maclés (100), l'absence de maclage (001) et de dislocations partielles aux interfaces dans les échantillons étudiés ne sont pas en accord avec des processus de déformation par choc ni par des processus de déformation lente. La pigeonite maclée observée de la particule C2027-2-69-1 serait donc le résultat de la trempe de protopyroxène.

La microstructure a-t-elle pu se former pendant la collecte et le refroidissement rapide ? Des précipités de chromite en relation d'orientation cristallographique avec la pigeonite ont été observés, préférentiellement sur les parois des macles (paragraphe 3.1.2.2 page 76). On en déduit que ces précipités se sont formés postérieurement aux défauts plans. Ce type de précipités se forme par un mécanisme de diffusion, lent dans les phases solides. Ils ne peuvent donc pas avoir été formés durant le refroidissement rapide qui a suivi le pallier de haute température associé à la collecte. Ils se sont donc formés avant la collecte et les macles, antérieures à leur formation, sont donc elles aussi antérieures à la collecte.

4.2.4 Dislocations

Dans l'orthopyroxène ont été caractérisées des dislocations de vecteur de Burgers $[010]$ et $[001]$ (paragraphe 3.1.3.2 page 84). Le système de glissement $[010](100)$ est le système le plus facilement activé dans les orthopyroxènes (Coe & Kirby, 1975; Skrotzki, 1994). Ce type de défaut est observé dans les enstatites de certaines météorites choquées (Leroux *et al.*, 1996).

Dans les échantillons de clinopyroxènes (pigeonite et diopside) ont été caractérisées des dislocations de vecteur de Burgers $[001]$ (paragraphe 3.1.2.2 page 78 et 3.1.3.2 page 84). La déformation plastique des clinopyroxènes est caractérisée par la présence de dislocations dans les configurations de glissement suivantes : $[001](100)$ (prédominant), $[001](110)$ et $[010](100)$ (Leroux *et al.*, 1994; Langenhorst *et al.*, 1995). Elles sont facilement activées lors de déformations par choc et sont souvent observées dans les météorites choquées (Leroux *et al.*, 1994; Langenhorst *et al.*, 1995). La microstructure de dislocation de notre échantillon semble être la conséquence d'un événement de choc de faible intensité ayant eu lieu après la formation des macles qui correspond probablement à la collecte.

L'échantillon de pigeonite contient aussi de nombreuses inclusions d'olivine. Cette dernière contient aussi des dislocations de vecteur de Burgers $[001]$ (paragraphe 3.1.2.2 page 78). Beaucoup d'études ont montré que l'olivine se déforme plastiquement durant des événements de choc (voir Leroux (2001)). La microstructure consiste alors en une forte densité de longs segments de dislocations vis de vecteur de Burgers $[001]$ en configuration de glissement. Le système de glissement $(010)[001]$ est prédominant et on observe des contributions mineures des systèmes $(110)[001]$ et $(100)[001]$. Les dislocations que nous avons observées sont donc compatibles avec un événement de déformation par choc de faible intensité. Les tirs expérimentaux d'olivine que nous avons réalisés ont également montré la formation de dislocations de vecteur de Burgers $[001]$ durant la collecte (sous section : 3.4.1.2 page 139). Certaines d'entre elles sont courbées, témoignant d'un déplacement sous contrainte évaluée entre un et deux GPa. Les calculs de Trigo-Rodríguez *et al.* (2008) ne prévoient pas de tels niveaux de contraintes mécaniques. Il est possible que ce soient les contraintes thermiques dues au gradient de température élevé entre le cœur et la périphérie des particules liées à l'échauffement dans l'aérogel qui ont généré ces contraintes thermiques.

Tomeoka *et al.* (2008) et Schmitz & Brenker (2008) ont reporté la présence de dislocations dans des échantillons identiques à ceux que nous avons étudiés. Ils ont associé ces défauts à des chocs ayant eu lieu avant la collecte ce que nous remettons en cause avec l'expérience de tir d'olivine ayant amenée à la formation de dislocations. Dans un autre échantillon (C2115-24-22-1-8), Tomeoka *et al.* (2008) ont reporté un grain d'olivine contenant une densité de dislocations particulièrement élevée nécessitant des contraintes supérieure à ≈ 20 GPa pour être formées. Ils suggèrent alors un impact entre deux corps de taille importante avant la collecte. Les effets de collecte semblent alors en effet trop faibles pour pouvoir rendre compte d'une telle densité.

4.2.5 Bilan sur les échantillons C2027-2-69-1, C2027-2-69-2 et C2027-3-32-2

Les grains provenant de traces de décélération différentes, C2027-2-69 et C2027-3-32, illustrent des conditions de formation et d'évolution très différentes. La figure 4.8 récapitule les différentes

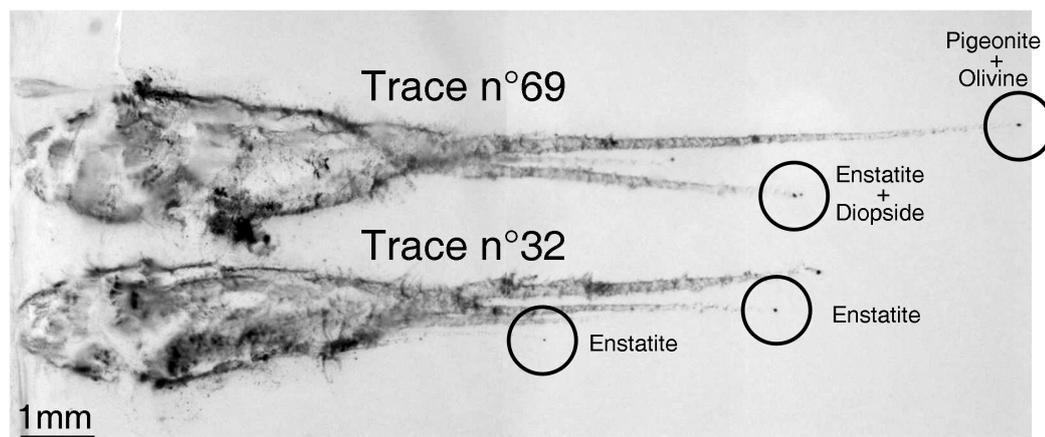


FIGURE 4.8 – Repérage des phases dans les traces de décélération 69 et 32

phases observées.

Une des particules terminales de la trace n°69 (C2027-2-69-2) est constituée d'un assemblage enstatite-diopside. Le grain de diopside présente une microstructure d'exsolution. L'assemblage est probablement issu d'un processus igné pour lequel la vitesse de refroidissement a pu être évaluée. Elle est comprise entre 10 et 100°C/h entre 1350 et 1200°C. L'enstatite présente des lamelles de clinoenstatite probablement issues de la transformation statique ou mécanique de la phase orthoenstatite. Si la phase enstatite est bien issue du refroidissement depuis un domaine haute température, avec les vitesses estimées pour l'exsolution du diopside, le refroidissement aurait dû aboutir à une proportion plus importante de domaine clino que ce qui est observé, entre 40 et 70% (Brearley *et al.*, 1993), pour une transition qui s'effectue vers 1000°C. Il y a donc là une certaine divergence entre les deux chrono-thermomètres, sauf si on admet une vitesse de refroidissement beaucoup plus lente aux environs de 1000°C comparé à la gamme 1350-1200°C.

L'autre particule terminale de la trace n°69 (C2027-2-69-1) est principalement constituée de pigeonite maclée. La microstructure est compatible avec un refroidissement depuis le domaine de stabilité de la phase protopyroxène. De la chromite en relation d'orientation avec la matrice de pigeonite maclée témoigne de la formation de la microstructure antérieurement à la collecte.

L'autre trace de décélération, la trace n°32, présente deux particules terminales constituées d'enstatite de même composition. Les grains observés présentent néanmoins des différences concernant la proportion de domaines clinoenstatite qu'ils contiennent, ce qui est probablement associé à des vitesses de refroidissement différentes.

Les particules terminales des traces 32 et 69 montrent que le matériau de Wild2 est constitué de grains ayant des origines très différentes. Ces différences existent aussi bien pour leur composition que pour leur microstructure. La pigeonite maclée, le diopside exsolvé et les lamelles de clinoenstatite dans l'orthoenstatite sont trois microstructures fréquemment observées dans les chondrites. En accord avec Ishii *et al.* (2008a) nous concluons que ces grains ressemblent aux minéraux des météorites chondritiques.

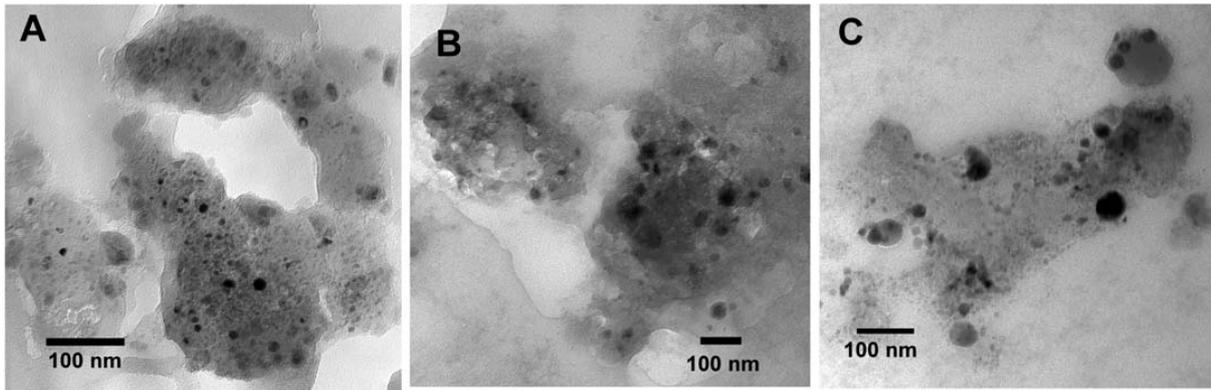


FIGURE 4.9 – Images en champ clair : (a) d'un GEMS dans un CP IDP (U220A19), (b) d'un grain thermiquement modifié du matériau cométaire de Stardust (échantillon : FC5,2,5,0,13) et (c) d'un grain thermiquement modifié provenant d'un tir expérimental de grains de pyrrhotite dans un aérogel identique à celui utilisé lors de la mission Stardust. Images extraites de Ishii *et al.* (2008a).

4.3 Les particules ayant subi des modifications structurales importantes durant la collecte

Cette section s'intéresse aux fragments des particules incidentes ayant subi d'importantes modifications suite à l'interaction avec l'aérogel lors de la collecte. Ces fragments présentent une structure vitreuse qui témoigne manifestement d'un évènement de fusion. Il s'agit des échantillons de la trace n°80 (échantillons C2092-2-80-47, 48, 49 et 50 ainsi qu'une partie de ceux des blocs d'aérogel comprimés C2092-3-80-53 et 65). L'objectif de cette section est de déterminer la nature du matériau impliqué ainsi que les processus physico-chimiques ayant eu lieu durant la collecte amenant à la formation d'une telle microstructure.

4.3.1 Ces grains vitrifiés correspondent-ils à des GEMS ?

La catégorie des échantillons dont nous discutons dans cette section consiste en une matrice vitreuse qui contient des inclusions de métal et de sulfure de fer. Visuellement, ces régions sont assez comparables au GEMS qui sont présents en abondance dans les CP-IDPs (Fig. 4.9a et b) (Bradley, 1994). Comme mentionné dans le premier chapitre (sous section 1.3.3 page 29), les GEMS sont constitués d'une matrice silicatée amorphe enrobant de nombreuses billes métalliques de fer-nickel et de sulfures de fer. Leur origine est toujours discutée. Une des hypothèses est que ces grains pourraient être des grains interstellaires (Bradley, 1994), leurs signatures spectrales étant très proches l'une de l'autre (Bradley *et al.*, 1999). Ils sont donc considérés comme très primitifs. Leur composition est variée mais la moyenne est proche de la composition CI avec toutefois un léger appauvrissement en magnésium, oxygène, fer et calcium par rapport au silicium (Keller & Messenger, 2004).

La première comparaison avec les GEMS est donnée par la figure 4.10a qui représente le champ de composition des GEMS dans le diagramme ternaire Fe-Si-S ainsi que les compositions moyennes

Elément	Moyenne	Médiane	Déviati standard	Minimum	Maximum
O	62,71	63,22	4,43	49,29	75,30
Mg	9,37	9,95	4,42	1,20	16,21
Al	1,62	1,29	1,09	0,25	5,90
Si	14,40	14,17	2,36	9,96	19,10
S	3,69	2,72	2,73	0,64	12,97
Ca	0,82	0,81	0,70	0,00	3,53
Cr	0,12	0,12	0,10	0,00	0,43
Mn	0,02	0,00	0,06	0,00	0,28
Fe	6,39	6,60	2,39	1,96	11,10
Ni	0,40	0,39	0,23	0,00	1,00

TABLE 4.2 – Composition moyenne de GEMS d’après Ishii *et al.* (2008a). Il s’agit de la moyenne, de la médiane, de la déviation standard, des maximums et minimums en pourcentage atomique relevés sur 42 GEMS de CP IDPs.

des échantillons vitreux de Stardust. La table 4.2 donne quelques exemples de compositions de GEMS (d’après Ishii *et al.* (2008a)). On remarque que les échantillons vitrifiés de Wild2 sont beaucoup plus riches en silicium. Cet enrichissement témoigne d’un mélange très intime entre les fragments de particules et de l’aérogel. La structure vitreuse montre que le mélange a été porté à une température suffisante pour faire fondre ces fragments et l’aérogel en contact. Le taux d’imprégnation en aérogel fondu est important comme en témoigne l’abondance du silicium comparé aux autres éléments (table 3.6 page 96). La figure 4.11 montre le pourcentage de matière cométaire présente dans les grains vitrifiés. La majorité des grains présentent moins de 10% de matière cométaire. Le critère utilisé pour déterminer ce pourcentage a été donné dans la section 3.2.3.3 page 102.

Afin de pouvoir comparer les poches vitreuses de Stardust aux GEMS, il est nécessaire d’utiliser une représentation qui n’inclut pas le silicium. La figure 4.10b représente les compositions des GEMS et des grains vitrifiés dans le diagramme ternaire Mg-Fe-S. Cette figure montre que les champs de composition se superposent en majeure partie. Néanmoins, deux zones qui correspondent aux échantillons de Stardust ne sont pas représentées par les GEMS. Il s’agit des compositions riches en magnésium ainsi que celle riches en fer. A ce premier stade de comparaison, la plupart des compositions des grains vitrifiés peuvent donc correspondre à des GEMS qui auraient fondu et qui se seraient mélangés avec de l’aérogel fondu.

Des éléments supplémentaires sont fournis par les cartes de répartition des éléments réalisées sur les grains vitrifiés. Ces cartes montrent que la répartition des éléments n’est pas homogène mais que certaines régions sont riches en cations tels que le magnésium, l’aluminium ou le calcium (Fig. 3.38 page 110). Le fait de les trouver de manière très locale suggère qu’ils appartenaient initialement à des petits grains denses, riches en ces éléments tels que des petits cristaux de pyroxènes ou de spinelle par exemple. De larges zones ($\approx 500\text{ nm}$) riches en magnésium ($\approx 15\% \text{ at.}$) sans aucune bille métallique et présentant des frontières nettes sont relevées (par exemple : Fig. 3.19 page 88b et 3.24 page 93). Dans les GEMS, ces cations sont assez bien dilués (Table 4.2). Ils le seraient d’autant plus après l’imprégnation de l’aérogel, ne laissant pas apparaître ce type de poches riches

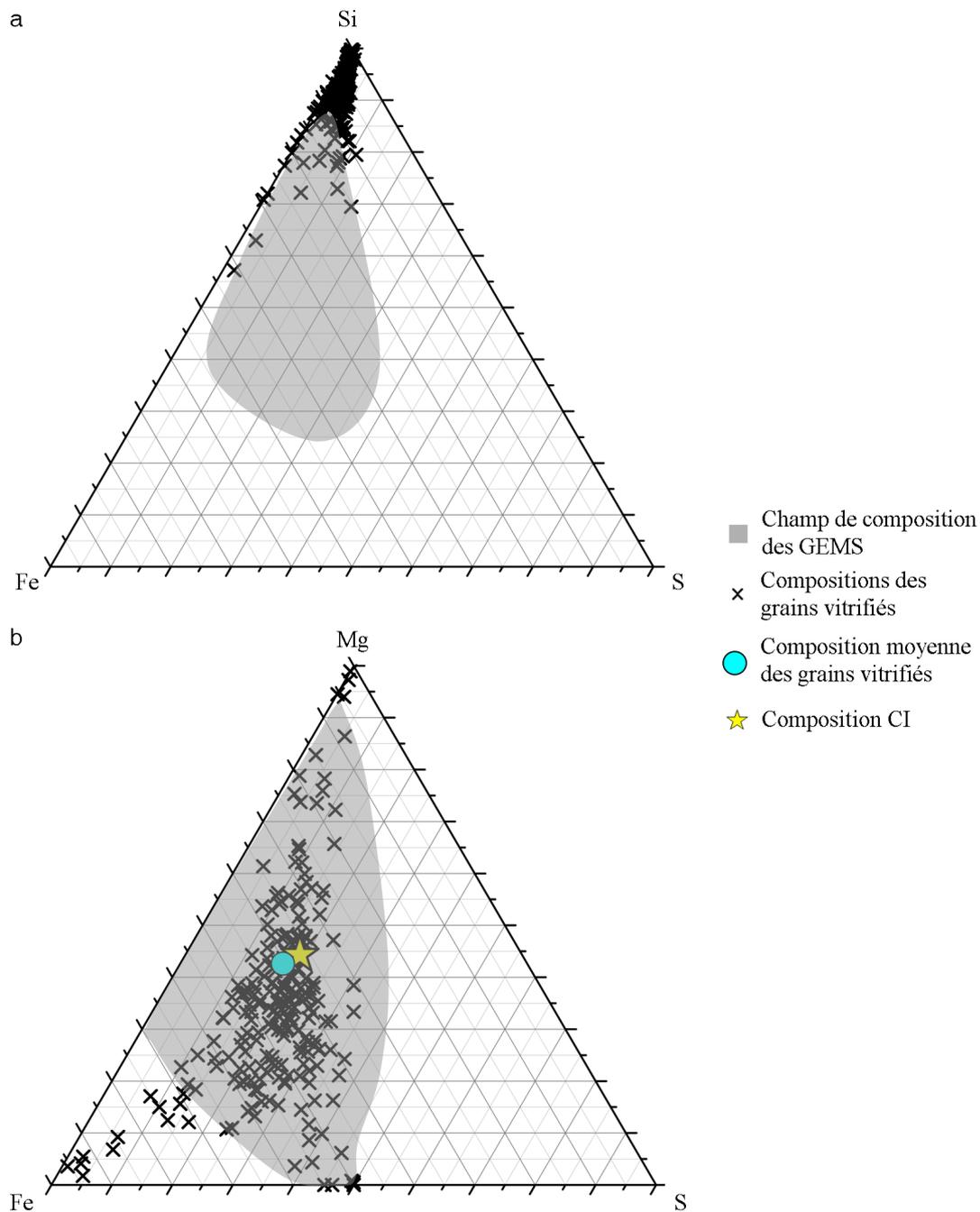


FIGURE 4.10 – Champ de composition en pourcentage atomique des GEMS présents dans les IDPs ainsi que les compositions des grains vitrifiés caractérisés dans les échantillons C2092-3-80-53 et 65 de Stardust représenté sur les diagrammes ternaires Fe-Si-S (a) et Fe-Mg-S (b). Les grains vitrifiés contiennent plus de silicium que les GEMS, ceci dû au mélange avec l'aérogel durant la collecte. Sur le second ternaire, ne prenant pas en compte le silicium, le champ de composition des GEMS ne couvre pas complètement celui des grains vitrifiés. Les compositions en question se trouvent aux pôles purs du fer et du magnésium. Ces compositions montrent que la plupart des grains vitrifiés pourraient être induits par l'impact de GEMS, tout comme pourrait l'être un assemblage minéralogique proche de la composition CI. (Composition des GEMS d'après Keller & Messenger (2004) et communication personnelle de Lindsay Keller)

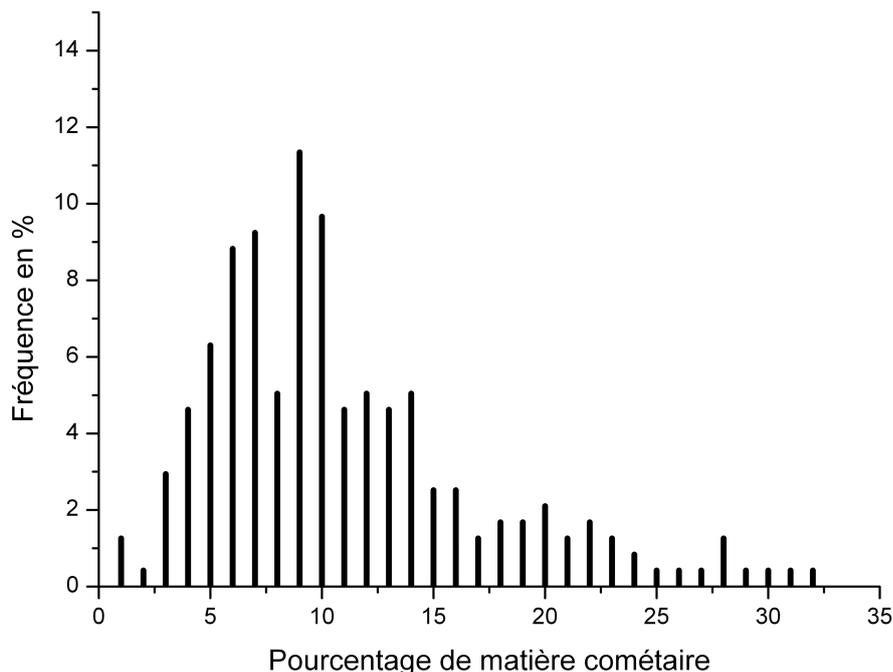


FIGURE 4.11 – Histogramme représentant la fréquence des grains (donnée en pourcentage) en fonction de la quantité de matière cométaire qu’ils contiennent. La majorité des grains vitrifiés ne contiennent que 10% de matière cométaire.

en cations. Les cartes de répartition suggèrent donc que les grains vitrifiés de Stardust pourraient correspondre à des agrégats cristallins qui auraient fondu durant l’impact et qui auraient été imprégnés par de l’aérogel fondu. Par ailleurs des études de tirs expérimentaux de pyrrhotite de taille micrométrique ont été réalisés dans un aérogel de silice (Ishii *et al.*, 2008a). Les microstructures formées sont très comparables aux échantillons thermiquement modifiés observés dans Stardust (Fig. 4.9c). Nous avons également observé des poches vitreuses contenant de nombreuses billes de métal et de sulfures sans pour autant détecter d’autres éléments que du fer ou du soufre. Dans ce cas, la particule impactante était manifestement un sulfure de fer.

Trois grandes classes de composants ou d’associations de composants peuvent donc être potentiellement responsables de ces grains vitrifiés (1) des GEMS (2) des sulfures de fer (3) des agrégats cristallins à grains fins. Nous avons déjà examiné le cas des GEMS dans le début de cette section. Le cas des sulfures de fer a été exploré par Ishii *et al.* (2008a). Il correspond à une fusion de sulfure de fer et à une dispersion de goutte de fusion dans un liquide SiO_2 (aérogel fondu). Dans la suite nous allons examiner le cas des agrégats cristallins. Pour ce faire, nous allons interpréter plus en détails la matrice vitreuse et nous allons montrer que des réactions de réduction des silicates ont été activées durant le bref épisode de température. Elles pourraient être à l’origine d’au moins une partie des billes de métal-sulfures observées dans les grains vitrifiés de Stardust.

4.3.2 La matrice vitreuse

La matrice des grains vitrifiés est riche en silice, pauvre en fer et contient de petites poches riches en magnésium, parfois en calcium ou aluminium. Les domaines de température connus par les échantillons sont de l'ordre de la température de fusion de la plupart des phases rencontrées dans ce type d'objet (entre 1500 et 2000°C) Burchell *et al.* (2009); Hörz *et al.* (2008, 2009). L'olivine et le pyroxène, majoritairement représentés, ont par exemple des températures de fusion respectives de 1900 et 1550°C pour les pôles purs magnésiens. Le point de fusion de l'aérogel correspond à la température de transition vitreuse d'un verre de composition SiO_2 du fait de sa structure amorphe. Elle est de l'ordre de 1150°C environ. Les domaines de température déduits de la collecte prévoient donc la fusion commune des particules ainsi que de l'aérogel environnant. Ceci s'observe autour des grains cristallins préservés de silicates par la présence une couronne amorphe (Fig. 3.45 page 117). La composition de ces couronnes montre un enrichissement en silice de l'ordre de 80%. Les épaisseurs de ces couronnes sont typiquement comprises entre 200 et 300 nm pour les pyroxènes et olivines. Cette mesure est une estimation car ce sont des tranches de matériau qui sont observées. En fonction de la hauteur de coupe par rapport au centre de l'échantillon, l'épaisseur de la couronne sera différente. Néanmoins, ceci permet d'estimer que les silicates cristallins de taille inférieure à 500 nm ont peu de chances d'être préservés. Ils ont été probablement fondus et maintenant inclus dans les grains totalement vitrifiés.

Certains précurseurs, comme les silicates magnésiens sont difficilement miscibles dans la silice liquide, y compris quand ils sont eux-mêmes portés à l'état liquide. Il existe en effet une barrière de miscibilité entre ces liquides (Fig. 4.12). En prenant l'exemple d'une forstérite et d'une enstatite pures portées au delà de leur température de fusion au contact de la silice liquide, si la température n'excède pas 2000°C, les compositions s'équilibrent et tendent vers les courbes qui définissent la barrière de miscibilité. Le liquide riche en magnésium (provenant de la fusion de la forstérite ou de l'enstatite) s'enrichit en silice et la silice un peu en magnésium. A la suite du flash thermique de haute température, le refroidissement est lui aussi très rapide. Ceci a pour conséquence de tremper le liquide sans qu'il ait le temps de cristalliser donnant cette matrice vitreuse riche en silice.

Les cartes de distribution en éléments des grains totalement vitrifiés révèlent la présence de grains fantômes. Il s'agit probablement de cristaux fondus, mélangés à de l'aérogel fondu lui aussi. Toutefois, les frontières sont nettes ce qui montre que le mélange avec l'aérogel fondu était incomplet avant la trempe (sous section 3.2.2.2 page 90). On observe par exemple au bas de l'échantillon présenté sur la figure 3.24 page 93 un large grain fantôme provenant vraisemblablement d'un précurseur magnésien. Le champ de composition des grains fantômes riches en magnésium est représenté sur le diagramme binaire MgO-SiO_2 (Fig. 4.12). Il correspond à des compositions proches de la barrière de miscibilité des deux liquides à des températures comprises entre 1750 et 1950°C. Cette interprétation a également été développée par Roskosz *et al.* (2008). En étudiant des profils d'interfaces entre les zones riches et pauvres en magnésium, ils ont pu déduire une vitesse de refroidissement des liquides de l'ordre de 10^5K.s^{-1} ainsi qu'un palier haute température d'environ 2100 K ayant pu durer jusqu'à une milliseconde.

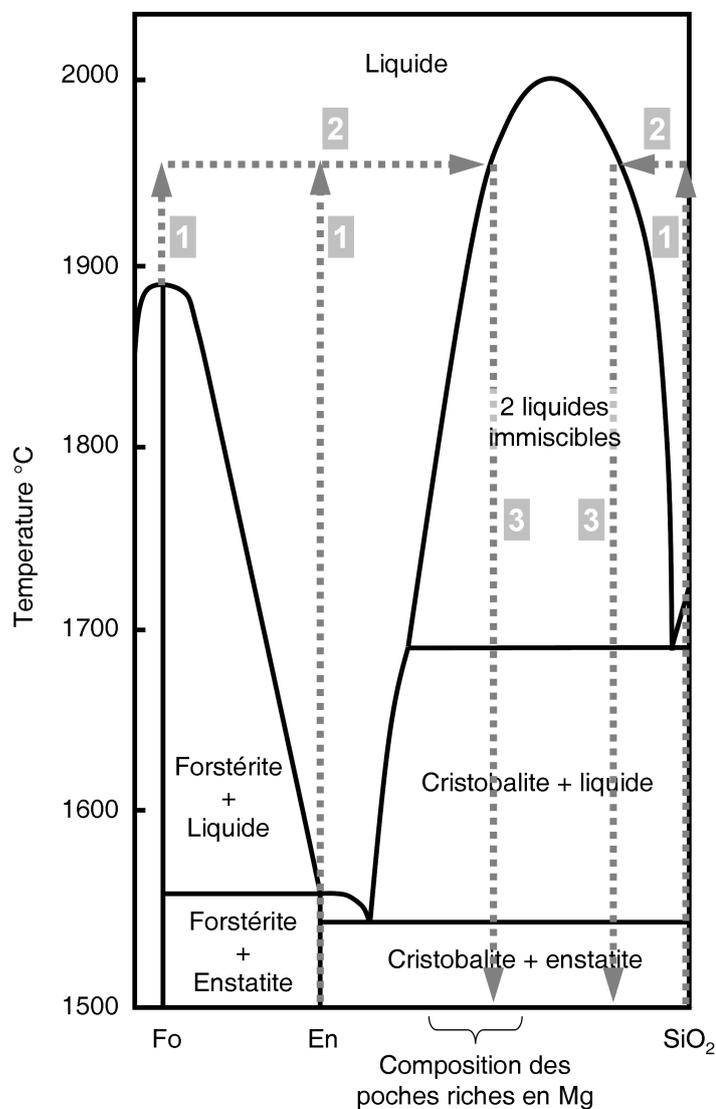


FIGURE 4.12 – Diagramme de phase binaire MgO-SiO₂. Les trois étapes représentées montrent que les silicates magnésiens fondus évoluent en composition lorsqu'ils sont en contact avec de l'aérogel fondu. Dans un premier temps, lorsque la particule chauffe, la forstérite ou l'enstatite ainsi que la silice deviennent liquides. (2) Les phénomènes de diffusion font que les compositions enstatite et forstérite s'appauvrissent en magnésium tandis que la silice s'enrichit en magnésium. La barrière de miscibilité fait qu'il n'y a pas de mélange total. (3) Ensuite, les refroidissements très rapides trempent les liquides aux compositions limites de la barrière. Le champ de composition des poches riches en magnésium est reporté. Il correspond à des températures comprises entre 1750 et 1950°C.

4.3.3 Les inclusions de métal et de sulfure de fer

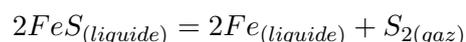
La matrice vitreuse décrite ci-dessus contient de nombreuses inclusions métal/sulfures, décrite dans la sous section 3.2.2.1 page 88. Leur taille moyenne est d'environ 20 nm et s'étend de quelques nanomètres à environ 100 nm de diamètre avec certaines exceptions allant jusqu'à 200 nm. La densité est variable d'un grain à l'autre mais typiquement comprise entre 100 et 200 billes par μm^2 . Ces billes sont souvent présentes dans des régions riches en magnésium. Elles présentent systématiquement une couronne de sulfure de fer. Voyons dans un premier temps quelle peut être l'origine de cette couronne. Ensuite nous verrons que le cœur en fer métallique des billes peut avoir différentes origines telles que les GEMS, qui contiennent à l'origine des billes de métal, les sulfures de fer ou les silicates, après réaction chimique pour ces deux derniers.

4.3.3.1 Formation des couronnes de sulfure de fer

Les analyses chimiques révèlent la présence de soufre sous forme de sulfure de fer localisé à la surface des billes (Fig. 3.21 page 90). L'épaisseur de cette coquille est variable mais la détermination de sa taille est rendue difficile par la petite taille des billes ainsi que la coupe microtome. Cette couronne est assez bien visible quand les billes sont grosses. Son épaisseur est relativement constante sur l'ensemble de la sphère. Son processus de formation a donc eu lieu après la formation des billes de fer métallique et de manière homogène pour chacune. D'autre part chaque région vitreuse montre un rapport Fe/S relativement constant (section 3.3.2.2 page 110). Ceci suggère la redistribution homogène du soufre au niveau de la poche vitreuse en fonction de sa quantité de fer. Le mécanisme de formation déduit de ces observations est celui de la condensation de soufre gazeux lors du refroidissement des grains. Le fer est un site préférentiel de condensation pour ce gaz. La réaction de corrosion mène à la formation de sulfure de fer. La redistribution du soufre est resté confinée dans les poches fondues car nous avons vu que son taux est très variable d'un grain vitrifié à l'autre (sous section 3.3.2.2 page 110). La décomposition des sulfures durant le pallier de haute température pourrait être à l'origine de ce gaz.

4.3.3.2 Décomposition des sulfures de fer

La structure des billes faite d'un cœur métallique et d'un couronne de sulfure de fer suggère une formation par mécanisme de sulfuration, c'est à dire la corrosion de billes de fer pur par du soufre gazeux. Le point de fusion de la pyrrhotite à pression atmosphérique est à un peu moins de 1200°C. Etant donné que ces domaines de température sont atteints, la réaction décomposition est envisageable pour former du soufre gazeux ainsi que du fer métallique :



Tomeoka *et al.* (2008) proposent que l'évacuation de ce gaz peut être à l'origine de la formation des bulles ayant formé les cavités observées dans la matrice amorphe (Fig. 3.23 page 91). Toutefois, les analyses par cartographie EDX n'ont pas révélé la présence de soufre à l'interface bulle/matière dans notre étude.

Le site de recondensation du soufre peut être les billes métalliques de GEMS ou celles nouvellement formées par cette réaction. Toutefois nous avons déjà fait remarqué que la matrice vitreuse ne contient pas de fer, ce dernier étant très majoritairement dans les billes métalliques et dans les couronnes de sulfures. Ceci suggère que les silicates précurseurs aurait souffert d'un mécanisme de réduction du fer durant l'épisode de haute température de la collecte. Il est en effet peu probable que ces silicates soient tous initialement réduits. Nous allons examiner ce processus dans le paragraphe qui suit.

4.3.3.3 Mécanisme de réduction des silicates

Les diagrammes ternaires Fe-Mg-S extraits des grains vitrifiés sont précieux pour la compréhension des processus menant à ces microstructures de matrice vitrifiée contenant des billes métalliques. La distribution des compositions au sein des échantillons montre un étalement le long d'une droite de mélange liant le pôle magnésien légèrement enrichi en soufre à la composition moyenne des billes métalliques Fe-Ni-S (Fig. 3.29 page 99). Ceci est caractéristique d'un assemblage bimodal ici composé de la matrice vitreuse (sans fer et un peu de soufre) incluant les billes métalliques (contenant le fer et la grande majorité du soufre). Les compositions varient le long de la droite en fonction de la fraction de matrice et de billes présente dans chacune des analyses. Elle ne coupe pas l'axe Mg-Fe représentant les silicates. Ceci signifie qu'il n'y a pas, ou plus, de fer oxydé dans la matrice amorphe, ce qui est confirmé par les pointés d'analyse locaux de matrice seule ou de zones riches en magnésium (Table 3.4 page 92). Il semble peu probable que les silicates formant les grains fantômes ne contenaient pas de fer à l'origine. Si ces régions ont pour origine des cristaux tels que des olivines ou des pyroxènes, cela implique que des réactions de réduction se sont produites durant l'épisode de haute température de la collecte. Ceci nécessite alors deux étapes, la réduction du fer oxyde puis la formation des précipités. Dans un premier temps, nous verrons si il est possible de former des précipités dans le laps de temps prévu par le pallier haute température puis nous exposerons un modèle possible de réduction.

Formation des précipités : Ce mécanisme de germination est gouverné par de la diffusion, la cinétique dépendant alors de la mobilité des espèces diffusantes dans le liquide. Le déplacement moyen des particules en fonction du temps est donné par la relation :

$$\langle X \rangle = 2\sqrt{Dt}$$

“X” étant le libre parcours moyen, “D” le coefficient de diffusion et “t” le temps . Le libre parcours moyen est une valeur difficile à déterminer dans les grains vitrifiés car comme nous l'avons vu sur les images, certaines zones sont riches en petites billes très proches les unes des autres et d'autre montrent peu de billes très larges. Sur l'ensemble des échantillons étudiés, la demie distance moyenne entre les billes est estimée statistiquement à une cinquantaine de nanomètre. Les données de diffusion des atomes de fer métallique dans ces compositions de liquide à de telles températures ne sont pas connues. Nous utilisons pour cela une valeur estimée à partir d'autres cations tels que le magnésium et le calcium. Les deux liquides, verre de silice et fer métallique n'étant pas

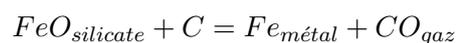
miscible, la vitesse de diffusion du fer métallique sera certainement plus élevée que celle des cations Mg^{2+} et Ca^{2+} . La valeur correspondant à la diffusion de ces cations dans un verre de silice qui est utilisée ici pour le fer est de $10^{-10} m^2.s^{-1}$ (voir Roskosz *et al.* (2008) et références citées). Cette valeur permet de majorer le temps minimum de formation de ces précipités métalliques. Le temps caractéristique pour créer un précipité est calculé en associant le libre parcours moyen à la demie distance entre les billes. Il est de l'ordre de la microseconde. Roskosz *et al.* (2008) ont estimé que la durée du palier de haute température connu par des échantillons fondus était de l'ordre du dixième de milliseconde. Ceci signifie que des atomes de fer provenant par exemple de silicates fondus diffusent suffisamment durant ce laps de temps pour former des précipités. Ce mécanisme nécessita avant toute chose des conditions réductrices afin de réduire le fer sous forme oxyde présent dans les silicates.

Origine des conditions réductrices Ce milieu réducteur peut avoir différentes origines :

- L'élévation de température induit une atmosphère plus réductrice lorsque l'on est en présence d'un agent réducteur tel que le carbone.
- La matière carbonée présente dans l'aérogel due aux résidus de sa synthèse chimique (Spencer & Zare, 2007; Gallien *et al.*, 2008).
- La matière carbonée constituant le matériau cométaire lui même. Nous avons vu dans la présentation des comètes que celle-ci pouvait représenter plus de 50 % des constituants.

Nous avons vu que les échantillons résultants des tirs expérimentaux que nous avons réalisés avec de l'enstatite ne contenaient pas de billes métalliques dans leur matrice vitreuse (Fig. 3.73 page 144). Or les grains initiaux contiennent du fer (composition initiale : En_{93}). Les conditions réductrices de la collecte de Stardust ne sont donc pas exprimées dans cette expérience. Les projectiles d'enstatite que nous avons utilisés pour ces tirs expérimentaux sont issus du broyage d'un bloc massif d'enstatite. La différence entre nos échantillons expérimentaux et les échantillons de Stardust est donc la présence probable de matière carbonée dans le matériau initial. Ce serait donc celle-ci qui induirait l'atmosphère réductrice pour les échantillons de Stardust.

Mécanisme de réduction du fer oxyde Une réaction de réduction a été proposée pour expliquer l'origine des billes métalliques présentes dans certaines olivines de chondres ("dusty olivine") par Leroux *et al.* (2003), réaction identique à celle utilisée pour expliquer la microstructure des GEMS dans les IDPs par Davoisne *et al.* (2006). La réaction de réduction aussi proposée dans ces grains vitrifiés par Leroux *et al.* (2009) est la suivante :

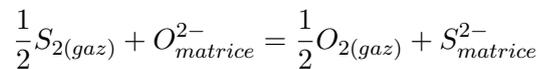


Au regard des courbes d'Ellingham représentant les énergies libres de Gibbs en fonction de la température (Fig. 4.13), cette réaction peut se produire pour des températures supérieures à 700°C en présence de matière carbonée. Les études expérimentales décrites dans la première partie de cette section indiquent des températures bien supérieures à 700°C indiquant ainsi qu'il est possible de réduire le fer initialement présent dans les silicates durant la collecte par ce processus.

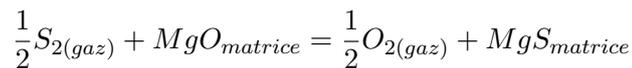
Les cavités provenant de bulles observées dans la matrice amorphes des grains vitrifiés pourraient-elles être le résultat de la formation de bulles dûe au dégazage de CO ? Sur la photo de la couronne d'une forstérite cristalline (Fig. 3.46 page 117), on observe quelques billes métalliques formées vraisemblablement par ce mécanisme de réduction, mais sans aucune bulle autour. Les bulles observées dans la matrice amorphes des grains ne proviennent visiblement pas du dégazage de CO.

4.3.3.4 Formation de complexes Mg-S dans la matrice vitreuse

Les droites de mélange coupent l'axe Mg-S (Fig. 3.29 page 99) traduisant ainsi la présence de soufre dans la matrice vitreuse, ce qui est confirmé par les mesures de composition locales (Table 3.4 page 92). Les réactions possibles pour former des complexes MgS sont les suivantes (Fogel, 2005; Moretti & Ottonello, 2005) :



ou



La température de réaction prévue par les courbes d'Ellingham pour que ces réactions aient lieu est de l'ordre de 1800°C, ce qui correspond à la température de réduction du MgO (Fig. 4.13) et qui est compatible avec les conditions de collecte. Les conditions menant à ces réactions sont donc particulièrement réductrices.

4.3.4 Compositions, taille et reconstruction des grains avant l'interaction avec l'aérogel.

Approximativement 400 grains montrant des signes évidents d'interaction avec l'aérogel durant la collecte ont été caractérisés dans la trace de décélération n°80. Dans cette sous section, nous allons discuter de la composition moyenne des grains vitrifiés et de la taille des différents constituants des particules incidentes afin de tenter une "reconstruction" de l'objet avant son interaction avec l'aérogel.

4.3.4.1 Taille

La pression dynamique subie par la particule incidente lors de son entrée dans l'aérogel est calculée par Trigo-Rodríguez *et al.* (2008). Ils l'ont évalué à environ 300 MPa, ce qui serait suffisant pour briser les agrégats des particules. Dans cette partie nous allons estimer au mieux la taille des fragments à l'origine de ces grains vitrifiés.

La taille initiale des quatre particules extraites individuellement avant leur interaction avec l'aérogel a été estimée entre 4 et 10 µm (table 3.10 page 105). Pour ce calcul, nous avons accès à une photographie optique de la particule avant sa coupe microtome permettant d'estimer au mieux

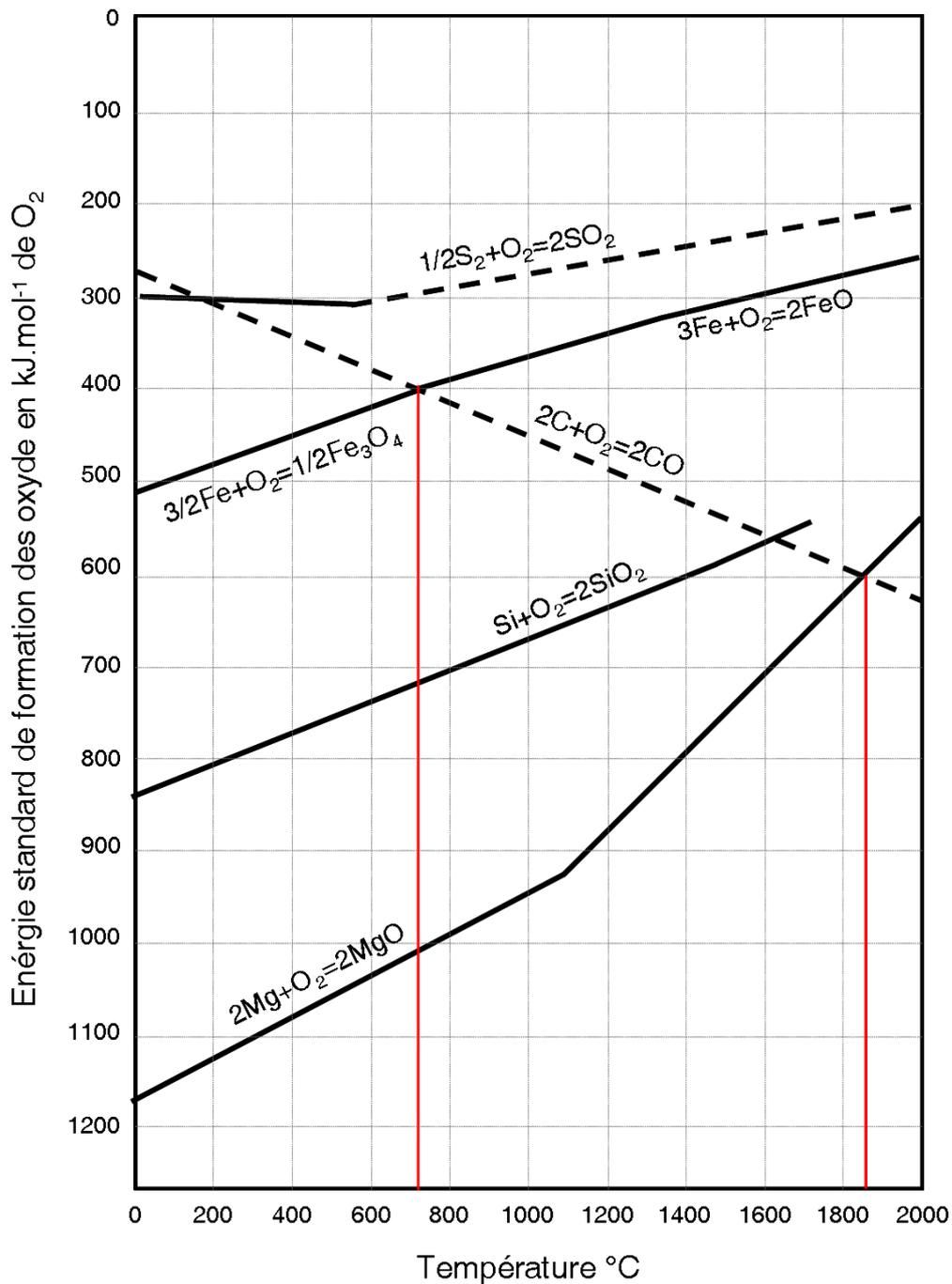


FIGURE 4.13 – Diagramme d'Ellingham représentant l'énergie standard de formation des oxydes en fonction de la température. Les traits pleins correspondent à des phases condensées et les pointillés à des phases gazeuses. On remarque que la réduction du fer oxyde par le carbone peut avoir lieu à partir de 700°C environ et celle de l'oxyde de magnésium au dessus de 1800°C .

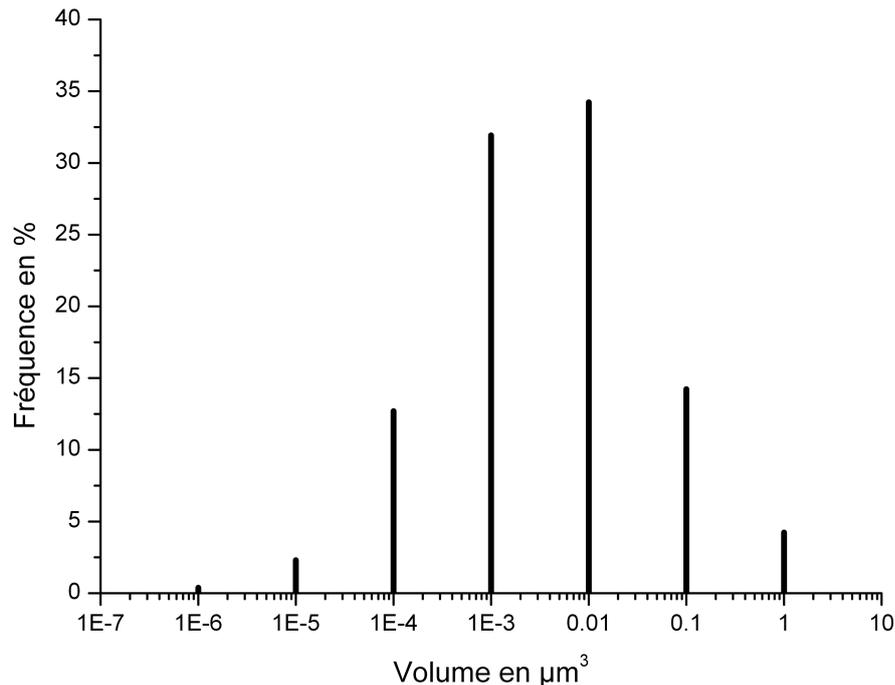


FIGURE 4.14 – Volume estimé des fragments avant leur interaction avec l’aérogel ayant amené à la formation des grains vitrifiés étudiés. Cette estimation est réalisée à partir de la mesure de la surface et de la quantité de matière des grains vitrifiés présents dans les échantillons du bloc d’aérogel compressé. Le volume est représenté en échelle logarithmique. Chaque fréquence correspond au pourcentage de grains appartenant à la tranche de volume comprise entre le dixième de la valeur et la valeur à laquelle est placé le pic. La majorité des grains ont un volume inférieur à $0.01 \mu\text{m}^3$ c’est à dire un diamètre inférieur à environ 300 nm. De part leur méthode de calcul, ces valeurs sont sous estimées.

son volume total après dilution dans l’aérogel. Le calcul de la taille de tous les grains vitrifiés des échantillons provenant du bloc d’aérogel compressé est plus délicat car nous n’avons pas accès à leur volume avant la coupe microtome. Il n’est donc possible de calculer leur volume avant dilution qu’en utilisant leur surface observée en imagerie. Ces valeurs de volume sont donc sous estimées. Elles sont présentées sur la figure 4.14. On note que le volume est principalement compris entre 10^{-2} et $10^{-3} \mu\text{m}^3$. La majorité des grains auraient alors un diamètre inférieur à 300 nm. Nous avons vu que l’épaisseur de la couronne amorphe présente autour de silicates cristallins à une épaisseur de l’ordre de 200 à 300 nm. Ceci prévoit que les grains ayant une taille inférieure à environ 500 nm seront totalement vitrifiés. Ces deux observations sont en accord.

La figure 4.15 illustre la relation entre la taille des grains et la concentration de matière cométaire qu’ils contiennent. Les petits grains amorphes contiennent un taux de matière cométaire plus élevé que les plus grands grains qui sont donc davantage dilués dans l’aérogel fondu. Les petites poches se rapprochent davantage de la taille des entités élémentaires qui composent les agrégats, soit la taille des grains fantômes qui sont observés dans la matrice vitreuse. C’est certainement la raison pour laquelle la matière cométaire est la plus concentrée car l’imprégnation en aérogel fondu n’affecte alors que peu d’espace intergrains, voire pas du tout si la désagrégation est totale avant l’implantation de l’objet dans l’aérogel.

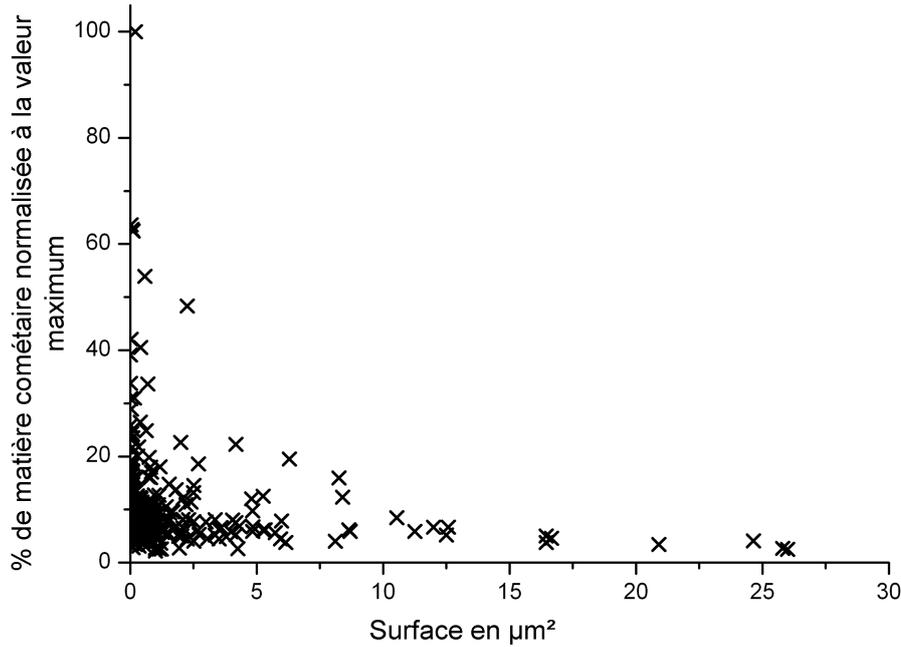


FIGURE 4.15 – Représentation graphique du pourcentage de matière cométaire contenue par un grain vitrifié en fonction de sa taille. Les petits grains contiennent de manière générale plus de matière cométaire que les grands. Ces petits grains ressemblent aux grains fantômes des grands grains vitrifiés.

4.3.4.2 Composition

La figure 3.30 page 100 montre que les grains riches en matière cométaire (forte concentration par rapport au SiO_2 de l'aérogel) dans les grains vitrifiés ont des compositions proches des pôles Mg et FeS. Ce matériau est très hétérogène à petite échelle mais est homogène à plus grande échelle. Ces observations s'accordent sur une structure de grains formés d'un assemblage de petites entités de compositions différentes. Elles sont constituées de phases riches en magnésium tels que des silicates, de sulfures de fer, de fer métal et probablement d'autres ne pouvant être identifiées. Ces petites entités étaient probablement liées entre elles par une matrice organique.

Les compositions moyennes des grains vitrifiés sont représentées sur la figure 3.40 page 112. Elles sont très variables, notamment le rapport $\frac{\text{Mg}}{\text{Mg}+\text{Fe}}$. La composition moyenne pondérée de tous ces grains en fonction de leur quantité de matière cométaire se trouve très proche de la composition CI. Les petits grains amorphes, comme les grains fantômes, ont des compositions très variables, généralement proches des pôles magnésiens, fer et sulfure de fer. Les plus grands grains ont quant à eux des compositions qui se resserrent vers la composition moyenne, CI (Fig. 3.42 page 114. Il s'agit en toute évidence d'un assemblage de différentes phases mais dont la composition tend vers la composition CI quand la taille de l'assemblage augmente (donc quand le nombre d'entités élémentaires augmente) tel que le représente la figure 4.16. Sur ce graphique, on note que les compositions s'écartent particulièrement de la composition CI sous une taille critique de $2,5 \mu\text{m}^2$. En enlevant la contribution de l'aérogel, cette taille correspondrait à des grains de 500 nm de diamètre environ.

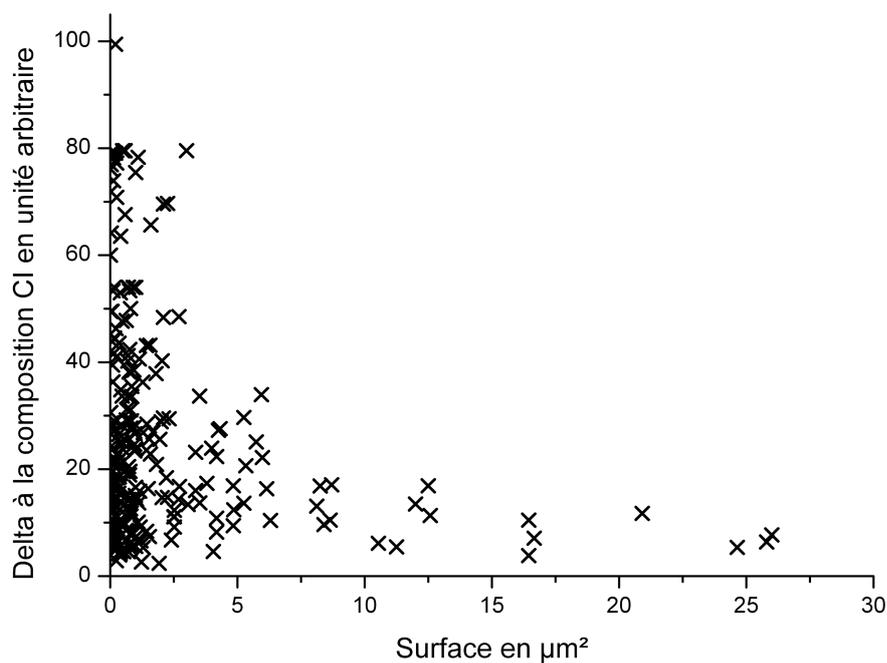


FIGURE 4.16 – Représentation de l'écart à la composition CI des grains vitrifiés en unité arbitraire (valeurs normalisées à 100% depuis la plus grande valeur) en fonction de la taille. La distribution des points illustre le fait que plus les grains sont grands, plus leur composition tend vers la CI. Plus ils sont petits, plus les écarts à la composition CI augmentent. On note une taille critique, proche de $2,5 \mu\text{m}^2$ en dessous de laquelle les compositions s'écartent particulièrement de CI. Les grands grains vitrifiés sont constitués d'un assemblage de différentes phases dont la composition moyenne tend vers CI quand le nombre d'entités augmente.

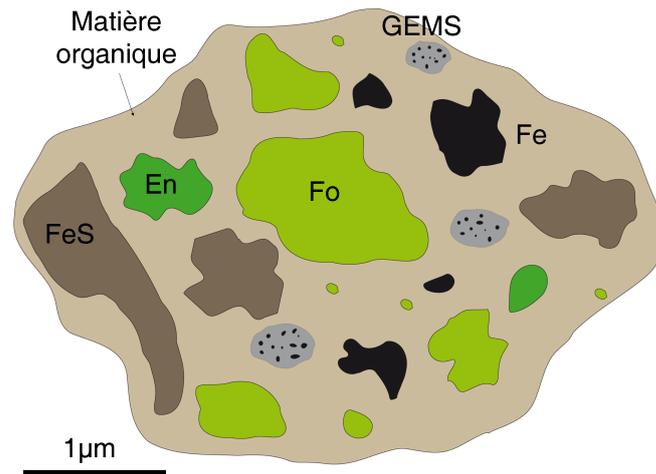


FIGURE 4.17 – Schéma représentant les propriétés déduites de l'étude des particules ayant subies des interactions fortes avec l'aérogel durant la collecte. Il s'agit de la particule avant son interaction avec l'aérogel. Les proportions ne sont pas très représentatives, d'une part parce que la distinction sulfure de fer/fer métallique n'est pas possible, tout comme la mesure de leur taille, et d'autre part la détermination de la proportion de matière organique n'est pas accessible. En : enstatite ; Fo : forstérite ; Fe : fer métallique.

La figure 4.17 récapitule l'ensemble des propriétés des particules ayant subies des modifications thermiques avant leur interaction avec l'aérogel.

4.4 Les particules cristallines du bloc d'aérogel compressé de la trace n°80

Les lames de microscopie préparées à partir d'un bloc d'aérogel du mur du bulbe de la trace de décélération n°80 présentent 50% de cristaux. Nous en avons compté 120, de taille très variable, allant d'une dizaine de nanomètres à environ 3 μm de diamètre avec pour moyenne 1,1 μm . 85% des cristaux sont des silicates, 10% de la magnétite et les 5% restant sont représentés par des phases mineures, entre autres oxyde de titane, fluorapatite, brownmillérite (sous section 3.3.3 page 114). Ces grains cristallins ont généralement pénétré plus profondément dans les parois du mur en comparaison des grains vitrifiés discutés dans la section précédente. L'aérogel s'est comporté comme un filtre en taille de grain. La fraction cristalline relevée dans cet échantillon est en accord avec les mesures réalisées sur synchrotron par Westphal *et al.* (2009) qui trouvent sur l'analyse de 194 fragments de 11 traces de décélération une fraction cristalline de $0.59^{+0.37}_{-0.10}$.

Ce mode de préparation d'échantillon est donc particulièrement précieux car il permet l'étude de petits grains enchâssés dans les parois des traces. Il permet d'observer une concentration de matière plus élevée du fait de l'écrasement de l'aérogel au cours de la préparation. Ci-dessous nous discutons de la nature des cristaux identifiés afin de déterminer leur mode de formation quand cela est possible.

4.4.1 Les silicates

Les compositions des silicates, tant pyroxène qu'olivine présentent un rapport $\frac{Mg}{Mg+Fe}$ très variable, comprises dans les champs Fo_{40-100} et En_{50-98} (paragraphe 3.3.3.1 page 119). Les distributions des compositions (Fig. 3.48 page 119 pour les olivines et Fig. 3.49 page 120 pour les pyroxènes) sont très comparables à celles de 85 olivines et de 84 pyroxènes présents dans les particules terminales de 26 traces de décélération différentes (Zolensky *et al.*, 2008b) présentées sur la figure 4.18. Ceci illustre que le matériau collecté est très hétérogène. En effet, à l'échelle d'une seule fraction de particule incidente, les distributions en composition des silicates sont équivalentes à celles représentées par 26 particules de traces de décélération différentes. Les olivines analysées contiennent toutefois une proportion inférieure d'éléments mineurs que celle reportée dans les particules terminales par Zolensky *et al.* (2006). La particule incidente contenait donc des silicates cristallins d'assez grande taille sans qu'il n'y ait de relations chimiques entre ces cristaux. Cela est compatible avec le modèle de grain cométaire qui serait formé d'un agrégat de nombreuses entités d'origines très diverses.

Les olivines présentent un large champ de composition mais la plupart sont riches en magnésium. La présence majoritaire d'olivines magnésiennes est généralement associée à de l'altération aqueuse car les olivines riches en magnésium survivent mieux à l'altération que celles riches en fer plus sujettes à la dissolution par l'eau (Wogelius & Walther, 1992). Mais ce type de distribution de composition peut aussi être une conséquence de la collecte dans l'aérogel. Les olivines riches en magnésium ont pu être préférentiellement préservées car la présence de fer entraîne la diminution très significative du point de fusion amenant à la diminution du taux d'olivine riche en fer de structure cristalline. Le point de fusion de la forstérite est de 1900°C et celui de la fayalite 1200°C.

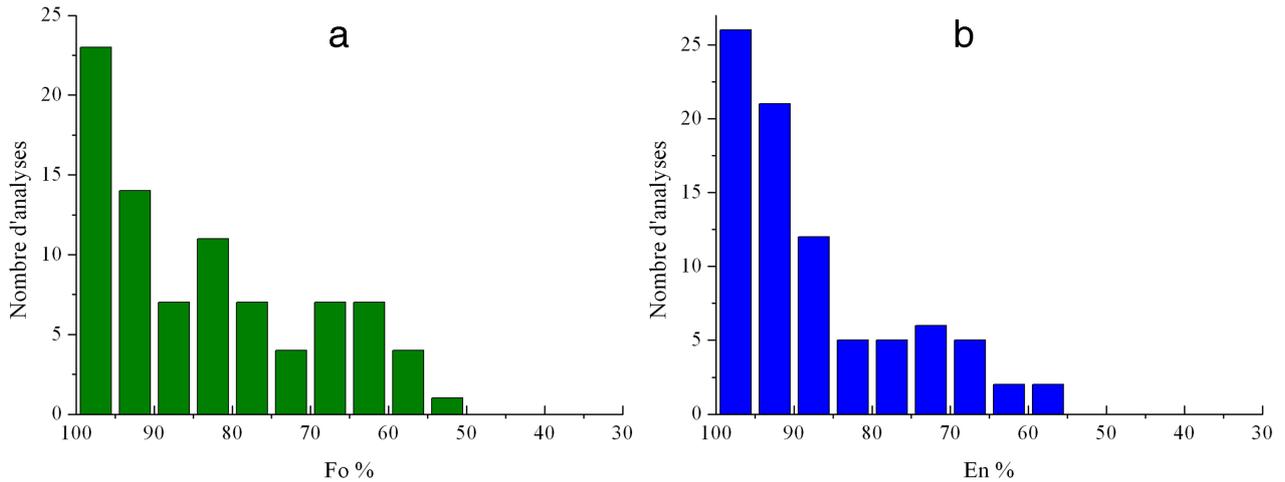


FIGURE 4.18 – Histogrammes de composition des olivines (a) et des pyroxènes (b) de particules terminales des échantillons de Stardust reporté par Zolensky *et al.* (2008b). Ces compositions sont représentées en nombre de grains analysés.

Les olivines riches en fer peuvent se trouver préférentiellement fondues et donc être dans les grains vitrifiés, mélangés à de l'aérogel fondu. Les représentations des compositions des olivines de la figure 3.48 page 119 montrent d'ailleurs que les olivines riches en fer sont généralement plus grosses, assez grosses pour être préservées sous leur structure cristalline. A l'inverse, les petits grains cristallins que nous avons étudiés sont plutôt riches en magnésium.

Le même type de diagramme est représenté pour différentes météorites et IDPs (Fig. 4.19). La dispersion en composition des olivines observées dans nos échantillons est comparable à ce qui est mesuré pour celles de certaines chondrites CM (Murchison par exemple), de chondrites CI (Orgueil), CO (ALH77307), les IDPs anhydres. Les micrométéorites à grains très fins présentent elles aussi une distribution de composition comparable à ce qui est observé pour nos échantillons (Dobricà *et al.*, 2009).

Le champ de composition des pyroxènes est lui aussi très vaste (paragraphe 3.3.3.1 page 119). Il est comparable à celui des particules terminales des échantillons de Stardust (Zolensky *et al.*, 2008b). Sa comparaison avec les autres objets extraterrestres est moins évidente (Fig. 4.19). On peut toutefois noter une bonne corrélation avec les IDPs anhydres et les micrométéorites à grains fins.

Rapport olivine/pyroxène : La proportion relative de ces deux silicates est de 60% d'olivine et 40% de pyroxène. Il est important de noter que le point de fusion du pyroxène est 300°C inférieur à celui de l'olivine. Comme pour le cas des olivines ou pyroxènes présentant différentes concentrations en fer, il est fort probable qu'un effet de collecte ait pu perturber la détermination du rapport olivine/pyroxène. En effet, ce différentiel de 300°C induit une fusion préférentielle des pyroxènes lors de la collecte. La valeur mesurée de 60% est donc un pourcentage maximal d'olivine présent dans ces grains avant la collecte. Ceci permet donc d'écrire l'inégalité suivante : $\frac{\text{Olivine}}{\text{Pyroxène}} < 1,5$. Il est impossible de déterminer si l'olivine ou l'enstatite était prépondérante à

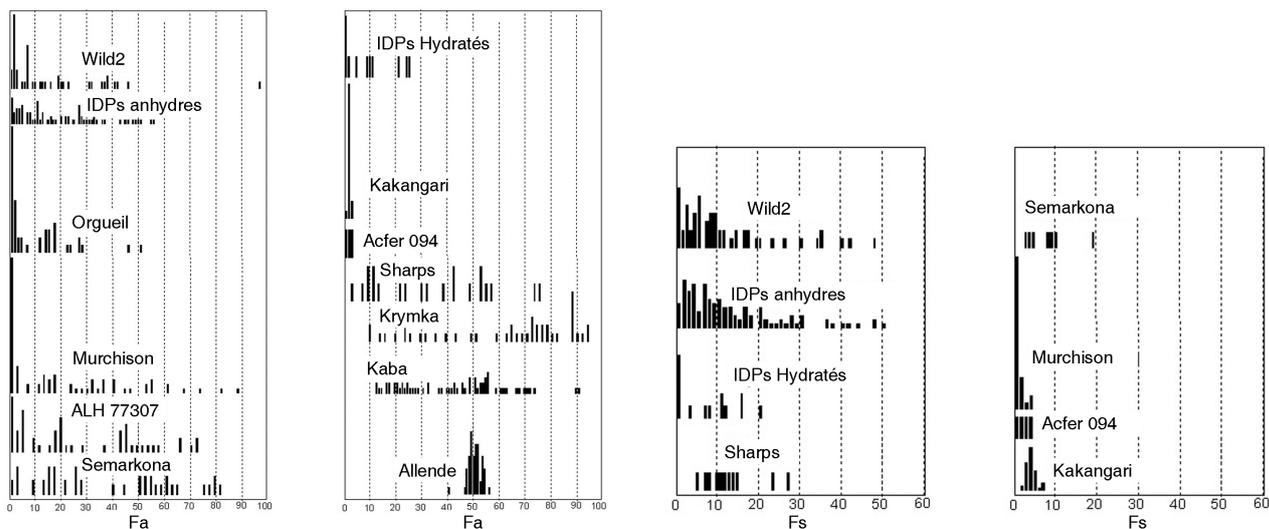


FIGURE 4.19 – Histogrammes de composition (a) des olivines et (b) des pyroxènes de neuf particules terminales de Wild2 comparées aux IDPs chondritiques et aux compositions de ces phases présentes dans les matrices de certaines météorites. Ces compositions sont représentées en nombre de grain analysé. Sources : Zolensky *et al.* (2008b).

l'origine. Les proportions relatives concernant les particules terminales donnent un taux d'olivine plus important (Zolensky *et al.*, 2006) mais ne prennent pas en compte les grains cristallins ayant fondu. Par l'étude de la minéralogie de résidus présents dans le fond de huit cratères des feuilles d'aluminium, Leroux *et al.* (2010) ont relevé un rapport olivine/pyroxène proche de un, ce qui est en accord avec nos observations. Ce qui semble le mieux correspondre à un rapport olivine/pyroxène proche de un sont les météorites CR (Weisberg *et al.*, 1993) et les micrométéorites à grains fins (Dobricà *et al.*, 2009). Ce rapport semble exclure les météorites carbonées pour lesquelles les olivines sont très majoritaires.

4.4.2 Phases mineures d'origine ignée

Nous avons déjà décrit un pyroxène calcique que nous avons interprété comme provenant de la cristallisation d'un liquide. Ce n'est pas la seule phase d'origine ignée présente dans les échantillons Stardust. Un oxyde de titane a été identifié sous la forme d'un grain d'un micron de diamètre environ (sous section 3.3.3.3 page 122). Sa microstructure présente des lamelles d'exsolution des couples ulvöspinel ($2FeOTiO_2$) / magnétite ($FeOFe_2O_3$) et ilménite ($FeOTiO_2$) / hématite (Fe_2O_3). Les rapports de phases de chaque couple sont fonction de la proportion de titane. L'ulvöspinel forme une solution solide avec la magnétite à haute température dans des conditions réductrices. Les deux phases s'oxydent respectivement en ilménite et hématite lors d'un refroidissement depuis une phase liquide (magma donc processus igné). Les phases du couple ilménite/hématite s'expriment alors sous forme de lamelles d'exsolution dans la solution solide du couple ulvöspinel/magnétite. Ces phases sont très sensibles aux conditions d'oxydo-réduction du milieu dans lequel elles évoluent. Les phases tendent à évoluer en composition lors de leur cristallisation, par-

ticulièrement en échangeant des cations avec d'autres phases voisines telles que les silicates. De nombreuses études portent sur la relation entre la fugacité d'oxygène, la vitesse de refroidissement et la composition des phases en présence, notamment le taux de titane présent dans l'assemblage magnétite/ilménite. Des courbes de calibration ont été calculées et des mesures expérimentales ont été réalisées afin de déduire du taux de titane les conditions de fugacité d'oxygène et de température lors de la formation de ces assemblages (Vincent, 1960; Vincent & Phillips, 1954; Buddington & Lindsley, 1964; Naslund, 1984; McBirney, 1989).

Pour le grain d'oxyde de titane étudié, il n'est pas possible d'utiliser ces courbes de calibration. En effet, les phases avec lesquels il était en équilibre lors de sa formation ne sont pas observées ce qui ne permet pas d'utiliser un système d'équilibre particulier. Cette phase est simplement identifiée comme résultat de formation par processus igné.

4.4.3 Les témoins d'altération aqueuse

Les données de la comète Tempel 1 issues des observations par le télescope Spitzer et de la mission Deep Impact indiquent la présence de phases altérées (Lisse *et al.*, 2006). Les autres petits corps, micrométéorites et IDPs contiennent fréquemment des phases hydratées telles que les phyllosilicates (Rietmeijer, 1998). Cela contraste avec le matériau de Wild2 pour lequel les phases témoins de l'altération aqueuse semblent très minoritaires, voire absentes (Zolensky *et al.*, 2006).

L'étude de l'échantillon préparé par écrasement du bloc d'aérogel a permis de caractériser trois phases issues de phénomènes d'altération aqueuse. Il s'agit de la magnétite, de la brownmillérite et de la fluorapatite.

4.4.3.1 La magnétite

Pollution ou grains de Wild2? Des grains de magnétite sont clairement identifiés dans les échantillons étudiés (sous section 3.3.3.2 page 120). Bridges *et al.* (2010) ont aussi très récemment reporté la présence de grains de magnétite dans deux traces de décélération différentes. L'origine de cette phase dans les échantillons de Stardust est sujette à discussion. Elle pourrait en effet être due à une contamination lors de la préparation des échantillons ou à une oxydation des grains riches en fer lors de la collecte. Dans ce dernier cas, ce serait les sulfures de fer nickel qui s'oxyderaient en magnétite. Toutefois les magnétites que nous avons étudiées sont chimiquement assez pures et n'ont donc pas pour origine des sulfures de fer et de nickel. Grossemy *et al.* (2008) ont montré que des conditions oxydantes dues à l'oxygène provenant de l'aérogel de silice permettaient d'oxyder du Fe^{2+} en Fe^{3+} . L'oxydation du fer métallique en Fe^{2+} peut elle être envisageable? Aucun signe d'oxydation n'est observé dans les échantillons étudiés. Au contraire les échantillons montrent des indices clairs d'une réduction quand l'interaction avec l'aérogel est forte. De plus Bridges *et al.* (2010) ont réalisé des tirs expérimentaux montrant que ce processus d'oxydation serait effectif seulement sur une distance de 1 mm après l'entrée dans le bulbe. Certaines magnétites observées dans cette étude sont de taille supérieure à 500 nm. Le temps de collecte très court rend

peu probable la formation de grains d'une telle taille. Enfin certains grains de magnétite montrent qu'ils ont subi des interactions fortes avec l'aérogel car ils sont entourés d'aérogel fondu, témoignant d'un ralentissement et donc d'une origine cométaire (Fig. 3.52 page 124). Ces magnétites semblent bien être issues de Wild2.

Quelles sont les origines des magnétites dans le système solaire? Il existe différents mécanismes pour former de la magnétite. Dans le contexte d'objet extraterrestre, il s'agit de la condensation et de l'altération. La formation par condensation se déroule en deux étapes : la condensation de fer pur puis une réaction d'oxydation par du H₂O gazeux :



Toutefois, les données de Nagahara (1984); Hong & Fegley (1998) montrent qu'il est très difficile de former des grains de magnétite par cette réaction dans la nébuleuse solaire à cause d'une cinétique de réaction trop faible aux températures de la nébuleuse solaire. Certaines couronnes oxydées autour de grains de fer pourraient éventuellement être expliquées par ce processus. Ce cas est observé dans certaines chondrites ordinaires non-équilibrées (Nagahara, 1984).

La magnétite est beaucoup plus fréquente dans les météorites carbonées. Dans ce cas, elle se forme par altération aqueuse à température modérée sur un corps parent. Ceci est particulièrement bien mis en évidence dans les chondrites CI dans lesquelles elle est la seconde phase en présence et se trouve généralement en relation avec des phyllosilicates tels que la serpentine (Dufresne & Anders, 1962; Böstrom & Frederiksson, 1966; Jedwab, 1967, 1971; Kerridge *et al.*, 1979; Brearley & Jones, 1998). L'altération aurait eu lieu sur des corps parents entre 2 et 15 millions d'années après la formation des inclusions réfractaires (Zolensky *et al.*, 2008c). La magnétite est aussi présente dans la plupart des autres chondrites : CV, CO, CM et CR et sont aussi couramment observés dans les IDPs (Rietmeijer, 1998). Dans les IDPs aussi, la magnétite est très généralement en relation directe avec les phyllosilicates. Sa présence est néanmoins interprétée de diverses manières. Elle peut être interprétée comme le résultat d'altération aqueuse sur un corps parent de structure/composition comparable à une chondrite CI (Keller *et al.*, 1992) ou à d'autres chondrites carbonées de corps parent différent. Dans certains cas, la magnétite des IDPs aurait pour origine la décomposition et l'oxydation de sulfures de fer durant leur entrée dans l'atmosphère (Rietmeijer, 1998; Bradley *et al.*, 1996).

Les magnétites sont observées dans les météorites selon trois morphologies différentes : les framboïdes, les sphérules et les plaquettes (Fig. 4.20). La morphologie la plus courante est la forme de framboïdes qui consiste en un assemblage de billes sub-micrométriques (Jedwab, 1965; Kerridge, 1970). La taille de l'assemblage est de l'ordre de la dizaine de micromètres. Les sphérules sont aussi couramment observées. Elles ont une taille comprise entre 5 et 40 µm de diamètre. Les plaquettes sont plus rares. Elles sont formées de lamelles et leur taille est comprise entre 5 et 10 µm de diamètre (Jedwab, 1968). L'origine de ces différentes morphologies n'est pas très bien établie. Elles seraient le résultat d'une croissance d'oxyde de fer à basse température dans des conditions d'altération aqueuse (Kerridge *et al.*, 1979). Dans ce cas, des phases minérales contenant du fer

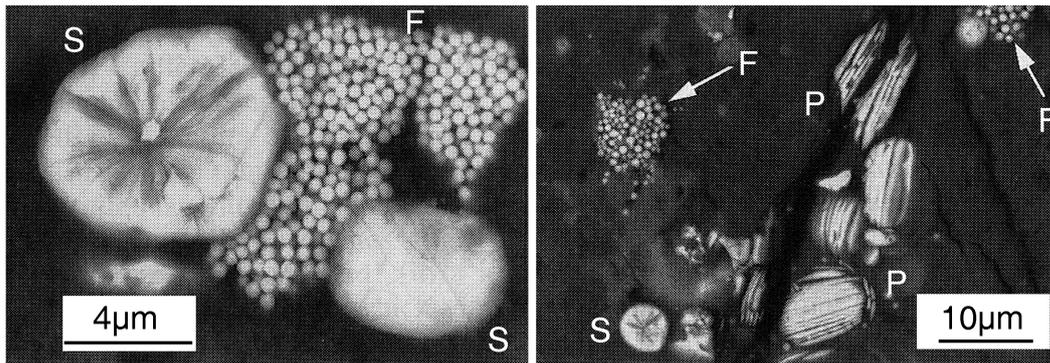


FIGURE 4.20 – Images de microscopie électronique à balayage de différentes morphologies de magnétites observées dans les météorites. S : sphérule ; F : framboïde ; P : plaquette. (Source : Brearley & Jones (1998))

sont dissoutes dans de l'eau, puis le fer est transporté pour ensuite précipiter sous forme d'oxydes relativement purs. Il est difficile d'utiliser le paramètre morphologie dans cette étude à cause de l'érosion des grains durant l'interaction avec l'aérogel. Les framboïdes sont néanmoins les plus compatibles avec nos observations de part leur taille, leur assemblage manifestement peu cohésif et la forme très sphérique que nous observons dans nos échantillons. De plus les diffractions électroniques ont montré une signature de monocristaux, ce qui n'est pas compatible avec la structure fibroradiée des sphérules. Les magnétites observées dans les échantillons C2092-3-80-53-0 et C2092-3-80-65-0 sont donc le résultat de processus d'altération aqueuse ayant eu lieu avant la collecte et constituent donc des indices importants car ils témoignent qu'une partie du matériau de Wild2 a été concernée par ce processus.

4.4.3.2 Les phases mineures, brownmillerite et fluorapatite

La brownmillerite : La phase brownmillerite (sous section 3.3.3.3 page 122) n'est pas reportée dans les constituants des différents objets du système solaire. C'est une phase rare, qui ne semble pas pouvoir provenir d'une source de contamination. De plus, les signes d'interaction de haute température avec l'aérogel sont clairement identifiables (Fig. 3.55 page 126). Il ne s'agit donc pas d'un contaminant de l'aérogel.

Cette phase est connue comme étant le résultat de l'altération par un liquide de silicates riches en calcium. Ce processus nécessite plusieurs étapes : la première est la dissolution d'un calcaire ou de carbonates de type calcite afin d'enrichir un liquide en cations Ca^{2+} . Ensuite, ce liquide peut altérer un silicate dans des conditions de température favorable par métamorphisme. C'est ce que l'on observe au niveau de certains facies sur terre, formés par métamorphisme thermique de larnites (en Israël) (Sharygin *et al.*, 2008). Dans ce cas, il faut des blocs de carbonates de très grande taille afin d'enrichir suffisamment le liquide en calcium. Dans le cas extraterrestre, la dissolution d'une calcite sur un petit corps peut être une autre voie probable d'enrichissement. Par ce type de transformation, il est courant d'incorporer quelques impuretés type Mg, Ti et Cr, ce que l'on observe pour le grain étudié.

La fluorapatite : Deux grains de fluorapatite présentant des signes d'interaction avec l'aérogel ont été clairement identifiés (sous section 3.3.3.3 page 122). Cette phase est communément rencontrée dans les matrices de chondrites carbonées ayant connu de l'altération aqueuse ainsi que du métamorphisme thermique (Brearley & Jones, 1998). Elle peut parfois être formée en faible quantité lors du refroidissement et de la différenciation de magma. Elle apparaît dans ce cas dans les dernières phases formées lors de la cristallisation d'un liquide riche en calcium. Lorsque les phases minérales calciques les moins coûteuses thermodynamiquement (diopside par exemple) ont cristallisé, il reste un excès de calcium dans le liquide qui formera ce type de minéraux très enrichi en calcium en fin de cristallisation. Ces conditions particulières font que l'altération aqueuse est l'origine la plus probable.

4.4.3.3 Phyllosilicates ?

La magnétite dans les chondrites ayant souffert d'altération aqueuse est généralement associée à des phyllosilicates (Brearley & Jones, 1998). Si la magnétite est effectivement présente dans les échantillons de Wild2, nous pouvons suspecter la présence de phyllosilicates. Toutefois, jusqu'à présent, aucune étude n'a reporté la découverte de ce composant.

Des études de tirs expérimentaux de phyllosilicates ont été réalisées dans un aérogel de silice dans les conditions de la collecte Stardust afin d'étudier sa préservation lors de cet évènement violent (section 4.1). Ces études ont montré que des reliques de ces phases hydratées étaient présentes après capture (Barrett *et al.*, 1992; Hörz *et al.*, 2000; Okudaira *et al.*, 2004, 2005; Zolensky *et al.*, 2008b). Néanmoins pour l'étude de Barrett *et al.* (1992), la phase hydratée constitue des petites zones incluses dans des grains d'olivine naturelle, ce qui n'est pas très représentatif de phyllosilicates tels qu'observés dans les matrices fines de météorites par exemple. Hörz *et al.* (2000) observent la survivance de phases hydratées après la collecte de particules dans un collecteur fixé sur la station MIR, donc à des vitesses de collecte inférieures à celle de Stardust, réduisant ainsi les modifications structurales. Ces deux études ne sont pas très représentatives des conditions de la collecte de Stardust. Okudaira *et al.* (2004, 2005) ont étudié les effets de l'impact de particules qui avaient un diamètre initial compris entre 125 et 167 μm . Dans ce cas, ils observent une couronne de matériau amorphe de plus de 200 nm d'épaisseur. C'est à dire que des grains de phyllosilicates ayant un diamètre inférieur à environ 500 nm seraient vitrifiés dans l'aérogel. Noguchi *et al.* (2007) ont effectué des tirs de grains de serpentine de diamètre de l'ordre de 150 μm . Ils ont observé des structures très vésiculées de l'amorphe au contact du phyllosilicate sur une couronne externe d'une épaisseur de 0,5 à 1 μm (Fig. 4.21). Les vésicules montrent qu'il y a eu du dégazage provenant de la phase hydratée. Wozniakiewicz *et al.* (2010) travaillent quant à eux sur des tirs expérimentaux sur des feuilles d'aluminium. La structure en feuillets est alors complètement détruite mais une structure bullée prend place et semble très caractéristique. Les vésicules observées dans le résidu au fond des cratères auraient pour origine le dégazage des phyllosilicates.

Il est intéressant de noter que les couronnes de matériau amorphes autour des grains de silicate cristallins présents dans les échantillons étudiés ne présentent pas de bulles 3.45 page 117. Nous avons aussi vu que ces bulles ne proviennent visiblement pas du dégazage de CO lors des réactions

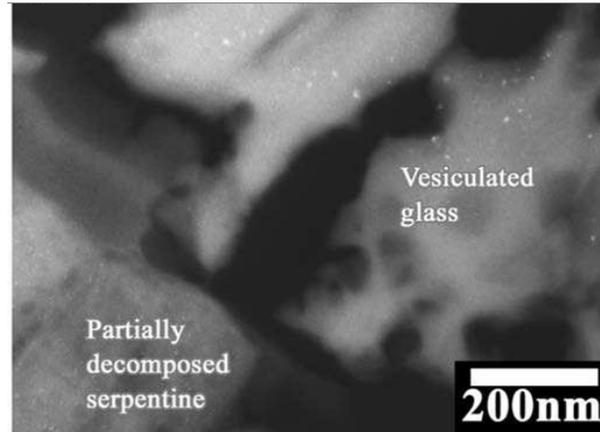


FIGURE 4.21 – Image en champ noir d’une interface entre une zone amorphe contenant des cavités et de la serpentine partiellement décomposées. Cette microstructure est le résultat d’un tir expérimental de serpentine dans une cible d’aérogel dans des conditions identiques à celle de la collecte de Stardust. La taille de grain de départ est d’environ 150 μm . Photo d’après Noguchi *et al.* (2007).

de réduction ou du gaz S_2 lors de la décomposition des sulfures. Les expériences citées ci-dessus ont systématiquement été réalisées avec des cristaux de phyllosilicates de taille assez importante. Dans les météorites, ils constituent le plus souvent des assemblages de grains de taille sub-micrométrique. Ces assemblages sont certainement peu cohésifs et il est très probable qu’ils se soient désagrégés durant l’impact des grains dans l’aérogel de Stardust. Le point de décomposition relativement bas des phyllosilicates ($\approx 800^\circ\text{C}$) conduit à la formation d’olivine et de pyroxène accompagné d’un dégazage d’eau. L’événement de haute température associé à la collecte aurait alors provoqué leur fusion. Il est difficile de statuer sur la présence de ces phases fragiles mais l’observation de bulles pourrait être effectivement un témoin de leur collecte. Les magnétites pourraient être bien mieux préservées car leur température de fusion est de l’ordre de 1550°C .

4.4.4 Composition moyenne et reconstruction de la particule incidente de la trace n°80

La composition moyenne des grains cristallins est représentée sur la figure 4.22. Il s’agit d’une moyenne pondérée tenant compte de la taille de chaque cristal étudié. Elle est pauvre en soufre car aucun gros cristal de sulfure n’a été détecté. Le rapport Mg/Fe vaut approximativement 0,6 en moyenne. Dans ce même diagramme a été reportée la composition moyenne pondérée des grains vitreux. Etant donné que la proportion de ces deux familles est identique, la composition moyenne de l’ensemble des grains cristallins et vitrifiés de la trace n°80 se trouve au milieu des deux compositions des deux familles (Fig. figure 4.22). Elle se trouve dans le champ des chondrites carbonées, très proche de la composition des CM.

Les observations décrites dans la sous section 3.3.4 (page 129) sur les figures 3.59 (page 130) et 3.60 (page 131) traitent des relations entre les grains cristallins et les vitreux modifiés par la collecte. Il est montré qu’il n’existe pas de lien de composition entre ces deux familles, ils ne

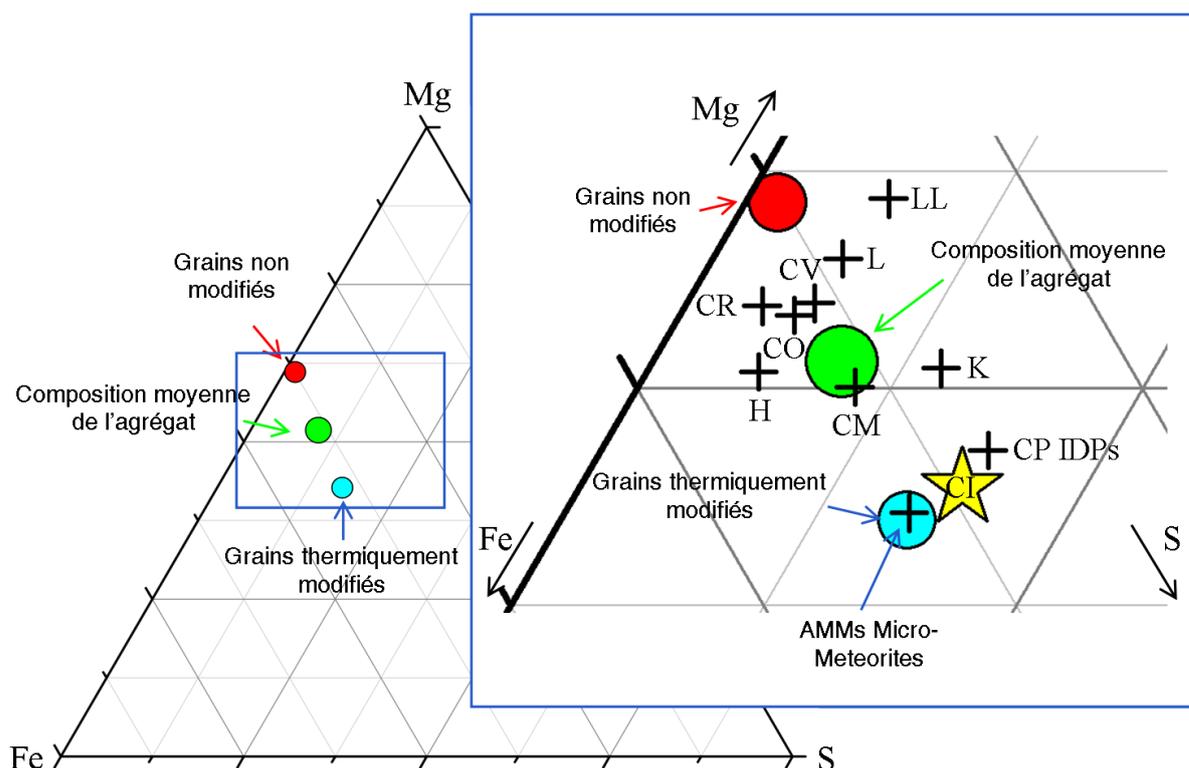


FIGURE 4.22 – Composition moyenne en pourcentage atomique des grains de la trace de décélération n°80 dans le diagramme ternaire Fe-Mg-S. En rouge est représentée la composition moyenne des grains cristallins, en bleu des échantillons ayant subi des modifications dues à l'interaction avec l'aérogel durant la collecte et en vert la composition moyenne de ces deux familles correspondant aux 500 grains analysés du bulbe de la trace n°80. Cette composition se trouve dans le champ des compositions moyennes des météorites chondritiques. Les grains vitrifiés ont une composition proche des CP-IDPs et des chondrites CI. Les compositions proviennent de : Lodders (2003) pour CI; McSween & Richardson (1977) and Wasson & Kallemeyn (1988) pour les autres chondrites; Brownlee (1978) pour les CP IDPs et Dobricà *et al.* (2009) pour les micrométéorites à grains fins.

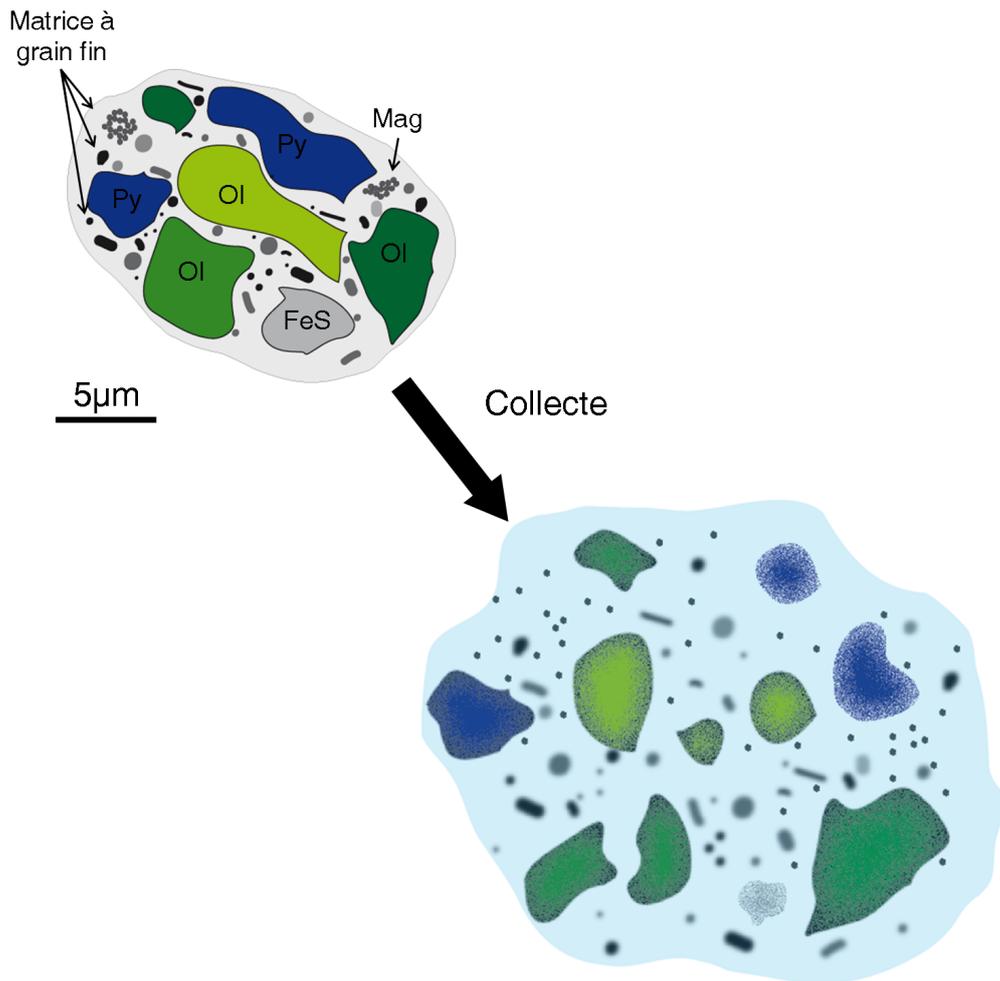


FIGURE 4.23 – Représentation schématique de ce que pouvait être un fragment de la particule incidente de la trace n° 80 avant et après son interaction avec l'aérogel. Py : pyroxènes ; Ol : olivine ; FeS : sulfures de fer ; Mag : magnétite sous forme de framboïdes. Ces phases minérales sont liées par de la matrice à grains fins représentée sur la figure 4.17.

sont pas équilibrés. Les grains vitrifiés constituaient donc à l'origine une matrice à grains fins qui liait les plus gros grains, ces derniers étant cristallins pour la plupart. Ce type d'assemblage est couramment observé dans ce type d'objets extraterrestres, comme par exemple dans les IDPs ou les matrices fines de certaines météorites très primitives. La figure 4.23 est une représentation schématique de ce que pouvait être un fragment de la particule incidente de la trace n°80 avant et après son interaction avec l'aérogel.

4.5 Implications astrophysiques

4.5.1 Minéralogie des particules de Wild2

Les grains de Wild2 contiennent des phases cristallines en abondance. La proportion cristal/amorphe ne correspond pas à celle du matériau primitif du milieu interstellaire. Dès leurs premières observations en 2006, les équipes responsables des études préliminaires avaient statué sur ce fait (Brownlee *et al.*, 2006; Zolensky *et al.*, 2006; McKeegan *et al.*, 2006; Keller *et al.*, 2006). Les minéraux les plus présents dans ces échantillons sont les silicates, olivines et pyroxènes. Leurs tailles sont très variables, tout comme leurs compositions, notamment leurs rapports Mg/(Mg+Fe) (Zolensky *et al.*, 2006, 2008b). Les olivines sont généralement riches en magnésium et certaines contiennent des proportions significatives de chrome ainsi que de manganèse. Les pyroxènes sont majoritairement pauvres en calcium. Le large champ de composition des silicates suggère une histoire complexe comprenant différents scénarios de formation et d'évolution. Les données de McKeegan *et al.* (2006) et Nakamura *et al.* (2008a) montrent que les rapports isotopiques de l'oxygène dans les silicates sont homogènes et très proches de ceux des silicates des chondrites carbonées. Nakamura *et al.* (2008a) ont montré que certains assemblages étaient compatibles avec des chondres. L'identification de fragments de CAIs était une des premières grandes surprises des échantillons de Stardust. Ils ont été observés par Zolensky *et al.* (2006); Chi *et al.* (2008, 2009); Simon *et al.* (2008) et sont associés à une minéralogie très réfractaire incluant des spinelles riches en magnésium, des clinopyroxènes riches en calcium, de l'anorthite $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$, de la Gehlenite $\text{Ca}_2\text{Al}(\text{AlSi})\text{O}_7$, de la perovskite CaTiO_3 et de l'osbornite TiN . Ces phases présentent systématiquement des rapports isotopiques comparables à ceux des CAIs des chondrites carbonées. Des silicates plus rares tel que la roedderite $(\text{Na,K})_2(\text{Mg,Fe}^{2+})_5\text{Si}_{12}\text{O}_{30}$ et la richterite $\text{Na}(\text{Ca,Na})(\text{Mg,Fe}^{2+})_5[\text{Si}_8\text{O}_{22}](\text{OH})_2$ ont été identifiés par Joswiak *et al.* (2007). Aucune identification de phyllosilicates n'est mentionnée mais la magnétite, phase oxydée, a été récemment reportée par Bridges *et al.* (2010). Il y a toujours des discussions concernant l'origine de petits carbonates qui pourraient être des contaminants provenant de la synthèse de l'aérogel. Flynn *et al.* (2008) et Wirick *et al.* (2007) rapportent la présence de carbonates sub-micrométriques riches en fer et magnésium dans les murs des traces de décélération. Ces grains, associés à la présence de pentlandite $(\text{Fe,Ni})_9\text{S}_8$ riche en nickel, peuvent être des indicateurs d'altération aqueuse. La rareté de ces minéraux dans les échantillons de Wild2 semble cependant difficile à concilier avec ce qui est interprété des spectres infrarouges de la comète 9P/Tempell dans laquelle ces phases issues de processus d'altération semblent présentes (Lisse *et al.*, 2006).

Kearsley *et al.* (2008) ont réalisé l'étude de 263 petits cratères par microscopie électronique à balayage. L'analyse des résidus des cratères montre la présence abondante de silicates riches en magnésium, d'assemblage Fe-Ni-S ainsi que d'aluminosilicates riches en sodium, potassium, phosphore et titane. 50% des résidus sont des composites contenant des silicates et des sulfures de fer et 25% ne contiennent que des silicates. En caractérisant des coupes FIB (Focused Ion Beam) de petits cratères par microscopie électronique en transmission, Leroux *et al.* (2008b) ont aussi répertorié des olivines, des pyroxènes (riches en magnésium et calcium) ainsi que des sulfures de fer présentant des taux de nickel variables. De nombreux grains sont amorphes mais présentent la

stœchiométrie de cristaux. Ceci est interprété comme étant dû à la vitrification des composants durant l'impact.

Durant les études préliminaires, un seul grain présolaire a été identifié (McKeegan *et al.*, 2006) montrant une très forte anomalie isotopique en oxygène. Par la suite deux autres grains ont été caractérisés par Stadermann & Floss (2008). Ces résultats ne proviennent que de grains collectés dans les feuilles d'aluminium. Ceci est probablement dû au fait que le matériau des cratères est plus localisé que celui présent dans les traces d'aérogel. Le fait d'observer si peu de grains présolaires est très étonnant pour un matériau considéré comme très primitif.

Nous avons vu que les grains de Wild2 contiennent des fragments de chondres et certains assemblages propres aux météorites chondritiques. Nous avons aussi mis en évidence le fait qu'il y a pu y avoir des GEMS dans les particules de Stardust. Dans la prochaine partie, nous effectuerons une comparaison du matériau étudié avec les météorites puis les IDPs. Nous comparerons finalement nos données avec celles des précédentes observations de comètes par spectroscopie infrarouge

4.5.2 Comparaison aux autres objets extraterrestres

4.5.2.1 Les météorites

La nature des échantillons de Stardust n'est pas facilement comparable aux différentes familles de météorites. En effet les particules se sont désagrégées pendant l'impact dans l'aérogel et la texture initiale des grains a été détruite. Pour la comparaison menée ci-dessous, nous avons procédé par élimination sur des points essentiels de la classification des chondrites (les principales données proviennent de Brearley & Jones (1998)). Cette comparaison est principalement basée sur la composition des olivines et des pyroxènes et leur rapport en abondance. Pour rappel, nous avons mesuré des champs de composition pour les olivines de Fo₄₀ à Fo₁₀₀ et pour les pyroxènes En₅₀ à En₉₈ (paragraphe 3.3.3.1 page 119). Pour ces deux silicates, la majorité des compositions sont riches en magnésium.

- La présence de phases oxydées telle que la magnétite et les olivines ou pyroxènes riches en fer écarte toutes les chondrites à enstatite.
- Les chondrites de type R présentent une caractéristique étonnante d'olivines très riches en fer au contraire des olivines de Wild2, particulièrement riches en magnésium.
- Concernant les chondrites carbonées, la composition des olivines de Wild2 est en accord avec celles des CM2, CI1 et CO3 (section 4.4.1). Les CI sont des chondrites très altérées, ce qui n'est visiblement pas le cas de Wild2.
- Les chondrites ordinaires sont composées de 60 à 80% volumique de chondres. Dans les échantillons de Stardust, des fragments de chondres ont été identifiés, telles que les phases d'origine ignée dans notre étude. Néanmoins, la proportion semble plus faible, nos résultats montrent que cette matrice à grains fins représente au moins 50% de la matière. Aussi, la distribution de composition des silicates est incompatible avec cette famille. Mis à part dans les matrices de LL, la magnétite n'est pas observée dans cette famille. Ces critères n'écartent pas complètement cette famille de météorites mais ne la rend pas non plus compatible.

Les groupes qui semblent les plus proches en terme de minéralogie sont les CM et les CO les plus primitives (donc peu ou pas altérées). Nous avons remarqué que la composition moyenne des échantillons de la trace n°80 était comparable à celles des chondrites carbonées, plus particulièrement des CM (Fig. 4.22), les autres chondrites étant légèrement appauvries en soufre mis à part celle de Kakangari. Les compositions des CO et CR présentent un rapport fer/magnésium identique à notre échantillon. Les chondrites CO, CR et CM sont en accord avec certaines d'autres points de comparaison tels que la présence de magnétite, de sulfure de fer et d'ilménite par exemple dans les chondres de CO.

Les chondrites les plus primitives connues à ce jour font partie des groupes CO, CM, CR et K. Elles sont les météorites Allan Hills (ALH) A77307 du groupe CO 3.0, Acfer 094 et Adelaide qui sont entre les groupe CO et CM 3.0 et Kakangari, du groupe K 3.6 (Scott & Krot, 2005). La récente découverte de deux météorites du groupe CR 3.0 MET00426 et QUE 99117 (Abreu & Brearley, 2010) complète ce panorama.

La minéralogie des grains de Wild2 recensée par la majeure partie des études ne concernent que des grains cristallins de taille supérieure à quelques micromètres de diamètre environ, aussi bien pour les particules collectées dans l'aérogel que dans les feuilles d'aluminium. Leur faible nombre étudié à ce jour et l'absence de possibilités de relations texturales rend l'exercice de comparaison difficile. Par ailleurs, comme nous le montre les études de fluorescence X sur des traces de décélération entière, les particules terminales ne représentent pas la composante majoritaire du matériau (Ishii *et al.*, 2008b; Lanzirotti *et al.*, 2008). C'est donc la matière qui se trouve dans les bulbes des traces de décélération qui représente au mieux les constituants de Wild2. Nous avons montré que le matériau enchâssé dans les murs du bulbe de la trace n°80 était composé d'autant de matière cristalline que de matière amorphe. La matière amorphe provient en partie de modifications structurales dues à la collecte. Son étude est donc beaucoup plus difficile que celle des particules terminales. Nous avons montré que cette composante amorphe était vraisemblablement constituée d'agrégats contenant des petits cristaux de taille inférieure à 500 nm de chimie diverse, majoritairement des silicates ainsi que des sulfures de fer mais aussi probablement des GEMS et de la matrice organique. Cette configuration, mis à part pour l'éventuelle présence de GEMS, s'apparente aux matrices de météorites. C'est pourquoi dans la suite nous tentons de comparer ce matériau aux matrices des météorites primitives des groupes CO, CM et CR.

4.5.2.2 La matrice des météorites primitives

Nous allons détailler dans cette partie quelques particularités de la minéralogie des matrices de chondrites primitives pour ensuite les comparer avec le matériau à grains fins de Wild2.

MET00426 et QUE 99117 (CR) (Abreu & Brearley, 2010). Les chondrites CR sont considérées comme les plus primitives des chondrites carbonées de part leurs mesures isotopiques. Elles contiennent une large variété de témoins de processus nébulaires différents (Krot *et al.*, 2002). La plupart des météorites de ce groupe ont connu de l'altération et sont classées dans les catégories deux et une ce qui traduit une minéralogie altérée. MET00426 et QUE 99117 sont les seules types

3.0 qui présentent une minéralogie primitive. Elles sont constituées d'environ 60% de matrice à grains fins. Les caractéristiques principales sont la présence importante de matériau amorphe riche en silicium contenant du fer, la présence de fer métallique et de sulfures de fer de taille comprise entre quelque dizaines et 500 nm de diamètre, quelques rares nanocristaux de phyllosilicates et l'absence de silicates cristallins tels que les olivines et pyroxènes. La composition moyenne en soufre est plus faible que la composition CI. Des cristaux isolés de magnétite sont observés de diamètre inférieur à 5 μm . Le fait qu'il y a peu de silicates cristallins dans le matériau à grains fins de ces chondrites CR ne semble pas en accord avec les observations des échantillons de la trace n°80.

ALH A77307 (CO) : C'est la météorite de type 3.0 ayant subi le moins de métamorphisme connue à ce jour. Sa matrice est constituée de silicates cristallins de taille inférieure au micromètre enrobés dans de la matière amorphe composée de silicium, magnésium, fer et oxygène très hétérogène à l'échelle du micron mais homogène au delà de 10 microns. Ces assemblages forment des poches de taille comprise entre 1 et 5 μm (Brearley, 1993). Les petits silicates cristallins de taille inférieure à 500 nm environ sont principalement constitués d'olivine magnésienne et de pyroxènes pauvres en calcium. Ils sont généralement isolés mais peuvent former de petits agrégats comme représenté sur la figure 4.24. Le nombre d'olivines est légèrement plus élevé que celui des pyroxènes. Ces deux silicates peuvent incorporer du manganèse, de 0.6 à 2 wt.%. La plupart des pyroxènes pauvres en calcium ont une microstructure de lamelles de clinopyroxènes (présentes en faible densité) incluses dans une matrice orthopyroxène interprétée comme un refroidissement à $1\,000\text{K}\cdot\text{h}^{-1}$ d'une phase protopyroxène depuis 1 300K par Brearley (1993). Il n'y a pas de microstructure de macles répertoriées. Des grains de fraction cristalline faible ayant une composition d'olivine riche en fer de taille inférieure à 300 nm proviennent probablement d'un recuit basse température (Brearley, 1993). D'un point de vue proportion volumique, cette météorite est constituée de moins de 20% d'olivine cristalline riche en magnésium, de moins de 20% de pyroxène cristallin riche en magnésium et de 50 à 80% de silicate amorphe riche en fer. Elle est aussi constituée d'environ 5% de sulfures de fer contenant du nickel, principalement de la pyrrhotite de taille comprise entre 100 et 300 nm répartie de manière aléatoire dans la matrice amorphe. Des grains de fer nickel de taille comprise entre 25 et 200 nm sont aussi identifiés (Brearley, 1993). Cette météorite présente une très faible proportion de phyllosilicates mais des inclusions réfractaires très bien préservées (Brearley, 1991, 1993).

Le matériau analysé de la trace de décélération n°80 est cohérent avec la majeure partie des constituants que nous venons de décrire. Le résultat de l'interaction entre un fragment de cette météorite et l'aérogel aurait pour résultat quelque chose de très semblable à ce que nous venons de discuter pour les échantillons de Stardust. La taille des poches de matériau amorphe ainsi que ses constituants corréleront assez bien avec ce que nous pouvons déduire des précurseurs des grains vitrifiés (Fig. 4.17).

Acfer 094 (CO/CM) : La matrice d'Acfer 094 étudiée par Greshake (1997) présente un assemblage non équilibré dominé par du matériau amorphe (de 20 à 80 vol% en fonction des régions).

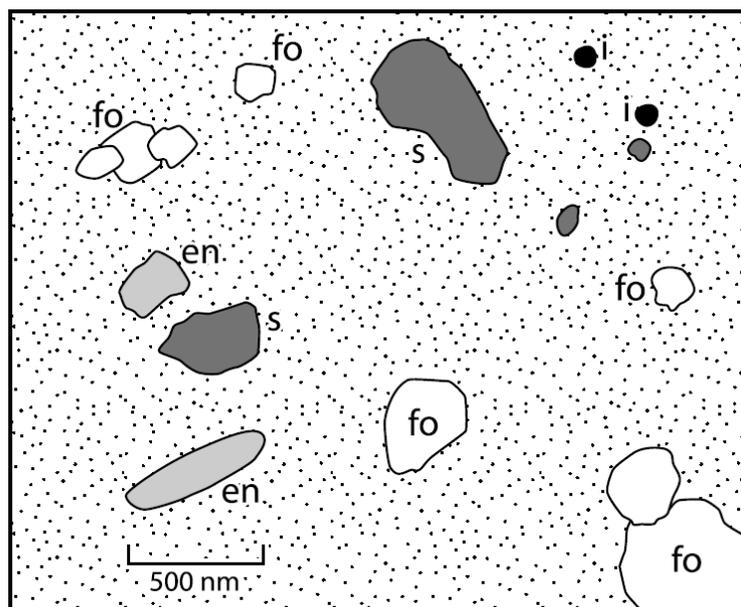


FIGURE 4.24 – Schéma d'une matrice de météorite primitive telle que ALH A77307 réalisé depuis les clichés de microscopie en transmission de Brearley (1993) et Greshake (1997) illustrant l'assemblage minéralogique. Abréviations : fo : forstérite ; en : enstatite ; s : sulfure de fer ; i : fer-nickel. Ces minéraux isolés sont enrobés dans une matrice hétérogène de silice contenant du fer et du magnésium. Ce schéma est extrait de Scott & Krot (2005)

Il contient de nombreuses olivines (≈ 30 vol.%) très magnésiennes (Fo_{98-99}) de diamètre de l'ordre de 200 à 300 nm, des pyroxènes pauvres en calcium et riches eux aussi en magnésium (En_{97-100}) de l'ordre de 300 à 400 nm de diamètre (≈ 20 vol.%) ainsi que des sulfures de fer (≈ 5 vol.%) contenant du nickel (100-300 nm). Quelques pyroxènes de taille supérieure à 2 μm sont présents mais aussi quelques olivines Fo_{99} de taille comprise entre 10 et 80 nm. Les olivines ne présentent pas de défauts structuraux tels que des dislocations. Des lamelles de clinoenstatite dans une matrice d'orthoénstatite sont observés dans la plupart des pyroxènes avec une prépondérance de la phase orthoénstatite. Les seuls produits d'altération observés sont des taux mineurs de serpentine et de ferrihydrite. Tout comme la chondrite CO ALH A77307, la matrice d'Acfer 094 semble assez compatible avec le matériau vitrifié de Stardust même si la distribution de composition des silicates ne corrèle pas aussi bien.

Adelaide (CO/CM) : La matrice d'Adelaide contient principalement des olivines ferreuses (Fo_{16-69}) de taille comprise entre 100 et 200 nm ainsi que des pyroxènes riches en magnésium de taille comprise entre 100 et 500 nm pris dans de la matière amorphe formant des poches de taille comprise entre 2 et 15 μm . Les pyroxènes présentent une microstructure de lamelles de clinoenstatite dans une matrice d'orthoénstatite. Des grains individuels de magnétite et de sulfures de fer de taille comprise entre 1 et 2 μm sont observés (Brearley, 1991; Greshake *et al.*, 2004). La description minéralogique de la matrice d'Adelaide est moins documentée que celle des autres météorites primitives dans la bibliographie. Néanmoins ces quelques observations sont en accord avec le matériau vitrifié de Stardust.

Kakangari (CK) : (Brearley, 1989). La matrice de la météorite de Kakangari représente environ 50% du volume de la météorite. Une de ses particularités est qu'elle ne contient que très peu de matière amorphe en comparaison des autres météorites. Elle contient principalement de l'enstatite (80-90 vol%), de taille comprise entre 0,2 et 1,5 μm , riche en magnésium (champ de composition $\text{En}_{95-97,3}$). La microstructure des pyroxènes présente des domaines de clinoenstatite dans une matrice orthoenstatite ainsi que du maclage. Des olivines riches en magnésium (Fo_{94-98}) de taille inférieure à 100 nm sont observées en inclusion dans le pyroxène. D'autres grains d'olivine de taille de l'ordre de 500 nm ainsi que des phases mineures telle que des clinopyroxènes riches en calcium, des spinelles riches en chrome et de la troilite sont aussi observées. La distribution de composition de ses olivines et pyroxènes est moins large (riche en magnésium) que ce qui est observé pour Wild2 alors que le nombre de grains analysés est bien plus grand. La météorite de Kakangari présente une composition chimique assez différente, notamment pour le rapport magnésium/fer, de celle mesurée pour les particules de la trace n°80. Les relations entre les grains vitrifiés de Stardust et la météorite de Kakangari semble moins évidente. Néanmoins, Westphal *et al.* (2009) ont montré par l'étude de l'état d'oxydation du fer que la famille des chondrites K était très comparable aux échantillons de Stardust (11 traces de décélération caractérisées).

Bilan : Dans la plupart des cas, les grains cristallins constituant ces matrices fines sont inclus dans des poches de matière amorphe de quelques micromètres de diamètre. Cette taille est en accord avec la taille des fragments calculés pour les grains vitrifiés de Stardust avant leur interaction avec l'aérogel (table 3.10 page 105). Le diamètre des grains cristallins des matrices de météorites est inférieur à 500 nm. Ceci laisse supposer qu'ils seraient totalement vitrifiés s'ils étaient exposés aux conditions de la collecte de Stardust. C'est à dire que pour comparer ces matrices fines avec nos observations, nous ne devons utiliser que le matériau vitrifié de Stardust.

Les compositions des matrices de chondrites primitives sont donc placées dans un diagramme ternaire Fe-Mg-S car il est le seul moyen de positionner les composants vitrifiés de Stardust (Fig. 4.25). Comme nous l'avons déjà discuté précédemment, la composition moyenne de ce matériau à grains fins est très proche de la composition CI. D'autres études concernant ce même matériau ont reportés une composition moyenne identique (Leroux *et al.*, 2008a, 2009; Stephan *et al.*, 2008). Par contre les compositions des matrices de météorites sont beaucoup plus pauvres en soufre.

La matière vitrifiée de Stardust ne semble donc pas compatible avec la matrice interchondrite des chondrites. Deux explications sont possibles à la suite de ce constat. En premier lieu nous devons être vigilant et garder l'hypothèse que toute la matière vitrifiée de Stardust ne représente pas toute la matière des matrices des chondrites. Une fraction de silicates cristallins de cette matrice aurait pu survivre (les plus gros grains). La taille moyenne mesurée des cristaux présents dans les murs est de 1,1 μm après interaction avec l'aérogel donc après avoir subi une diminution de taille par abrasion. Ils étaient en moyenne plus grands que cela avant l'impact (section 3.3.3 page 114). Cette taille semble un peu élevée si on la compare avec la taille moyenne des cristaux observés dans la matrice fine des chondrites. En prenant en compte ces petits cristaux dans le calcul de la composition moyenne, c'est-à-dire l'ensemble de la matière analysée dans les parois de la trace 80, alors nous trouvons une composition très proche de la composition des chondrites CM (Fig. 4.25).

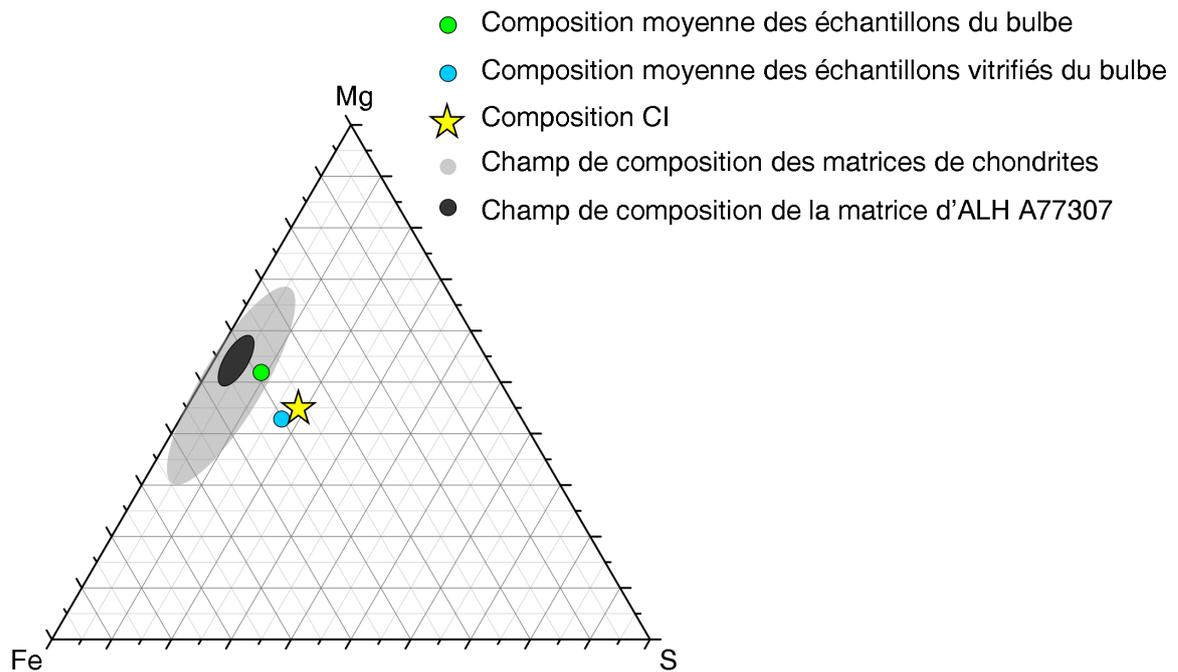


FIGURE 4.25 – Représentation dans le diagramme ternaire Fe-Mg-S des compositions en pourcentage atomique des matrices à grains fins de chondrites CM représentatif du champ de composition des matrices de la majorité des chondrites (McSween & Richardson, 1977), de la composition de la matrice d'ALH A77307 (Brearley, 1993), de la composition moyenne d'une partie des échantillons du bulbe de la trace de décélération n°80 de Stardust, de la composition des grains vitrifiés d'une partie des échantillons du bulbe de la trace de décélération n°80 de Stardust et de la composition CI (Lodders, 2003). Le matériau vitrifié de Stardust est plus riche en soufre que le sont les matrices de météorites.

La seconde explication à ces différences de compositions serait que la matrice fine de Wild2 est tout simplement beaucoup plus riche en soufre. Elle aurait échappé aux processus de volatilisation du soufre en restant dans des régions externes du disque, gardant alors la composition CI sans aucune différenciation chimique. Ceci la différencierait particulièrement des matrices de chondrites qui ont manifestement toutes subi une perte de soufre importante, exceptées bien entendu les chondrites de type CI.

4.5.2.3 Les IDPs et micrométéorites à grains fins

Les IDPs : Ce sont les CP IDPs qui semblent avoir la minéralogie la plus proche des échantillons caractérisés. Ils sont composés principalement de silicates, avec cette fois l'enstatite comme phase majoritaire (Bradley, 2003). La composition des olivines et pyroxènes présente la même distribution en rapport fer/magnésium que les échantillons de Wild2. Les pyroxènes pauvres en calcium présentent une microstructure de lamelles de clinoenstatite dans une matrice orthoenstatite interprétée comme étant le résultat d'un refroidissement à $1\ 000\text{K}\cdot\text{h}^{-1}$ d'une phase protopyroxène depuis $1\ 300\text{K}$ par Bradley *et al.* (1983). Ces silicates sont englobés dans une matrice amorphe composée de silice, fer, magnésium et oxygène. Ce qui diffère les CP IDPs des matrices des météorites ALH A77307 et Acfer 094 est que cette matrice amorphe est constituée de GEMS qui sont typiquement 10 fois plus petit que les clusters amorphes de la matrice de ces chondrites primitives. Cette différence entre les IDPs et la matrice de ces chondrites primitives a été associée à une distance héliocentrique de formation différente. Ceci est confirmé par la concentration de grains présolaires est de 10 à 100 fois plus élevée dans les IDPs (Keller *et al.*, 1994a; Messenger *et al.*, 2003; Nguyen & Zinner, 2004a,b; Nagashima *et al.*, 2004). On note également que les GEMS sont riches en soufre. Ceci est peut être également dû à leur formation à une distance héliocentrique élevée et au fait qu'il n'aient jamais été injecté dans les régions internes du disque afin qu'ils échappent aux processus de volatilisation du soufre.

La composition moyenne des GEMS est quasiment identique à celle de la moyenne des composants vitrifiés dans l'aérogel de Stardust, elle-même très proche de la composition CI. Ces GEMS peuvent donc constituer une part du matériau de Wild2 mais aucune caractérisation non ambiguë de ce type d'objet n'est recensée pour le moment.

Les micrométéorites à grains fins : La classe la plus proche de ce qui est observé pour les échantillons de Stardust est celle nommée "Ultracarbonée" qui contient une proportion élevée de matrice organique (entre 50 et 85% vol.) (Dobricà *et al.*, 2009). Elles sont constituées de silicates, olivines et pyroxènes dont le champ de composition $\text{Fe}/(\text{Mg}+\text{Fe})$ est comparable à ce que l'on observe pour les échantillons de cette étude. Le rapport olivine/pyroxène est approximativement égal à un (Dobricà *et al.*, 2009). La taille de ces cristaux est plus importante que celle des grains de Wild2, ce qui peut être dû à la réduction de taille lors de l'interaction avec l'aérogel lors de la collecte. Ces silicates sont présents sous forme de petits agrégats disposés de manière aléatoire dans une matrice organique (Fig. 4.26). Des whiskers d'enstatite ont été identifiés, comparables à ceux des IDPs (Dobricà *et al.*, 2010). Il y a relativement peu de silicates amorphes en comparaison de la

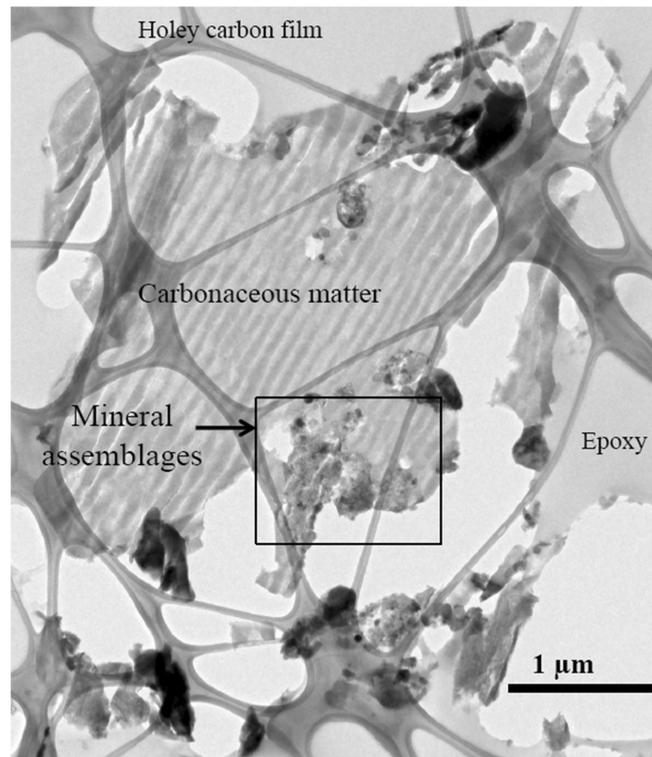


FIGURE 4.26 – Image en champ clair d’une zone de micrométéorite ultracarbonée. On observe un assemblage de minéraux pris dans une matrice organique. Crédit : Dobricà E.

matrice de ALH A77307 ou des IDPs. Ces silicates semblent être portés par des grains ressemblant à des GEMS (Dobricà *et al.*, 2010). Leur identification n’est pas certaine. Des sulfures de fer de taille comprise entre 1 et 15 μm constituent aussi ces objets. Peu de phyllosilicates ont été observés, ils ne représentent pas plus de 1% de la matière (Noguchi *et al.*, 2002) tout comme les inclusions réfractaires qui ont été observées à moins de 1 vol.% (Hoppe *et al.*, 1995; Engrand, 1999). La composition moyenne de ces objets est tout comme les IDPs très proche de la composition CI. Il existe de nombreuses similitudes entre les CP IDPs, les micrométéorites ultracarbonées et le matériau à grains fins de Stardust. Ceci renforce l’idée que les IDPs et micrométéorites ultracarbonées sont des poussières de comètes.

4.5.2.4 Les autres comètes

La composition minéralogique des comètes n’est pour l’instant pas très précise car elle est uniquement déduite depuis des observations en infrarouge ou lors d’acquisition avec des spectromètres de masse sur des volumes de matière très faibles avec des tailles de grains qui ne sont pas bien représentatifs de la distribution en taille moyenne (voir par exemple Jessberger *et al.* (1988) pour la comète de Halley). Il est depuis longtemps reporté que les comas de comètes contiennent des grains cristallins d’olivine (voir par exemple Crovisier *et al.* (1997)). Ceci a permis de se poser les questions concernant le mélange de matière entre les zones chaudes et froides du disque protoplanétaire (Hanner *et al.*, 1994). L’observation de Hale Bopp en 2002 par Harker *et al.* (2002) a

révéla des associations d'olivine et de pyroxène sous forme cristalline et amorphe (30% de cristal en masse). Les mesures de ce taux de cristallinité sont difficiles en spectroscopie infrarouge et des études indiquent des taux oscillant entre 12.5 et 88% (Min *et al.*, 2005; Wooden *et al.*, 1999). Les silicates cristallins dans les comètes ont été le point de départ des modèles de mélange de matière entre les zones chaudes et froides du disque protoplanétaire (Bockelée-Morvan *et al.*, 2002). Dans les échantillons de Stardust, on l'estime simplement comme supérieur ou égal à 50%. Ceci ne constitue pas un point pertinent de comparaison. Lisse *et al.* (2006) ont révélé qu'il y avait autant d'olivine que de pyroxène sur la comète Tempell1, ce qui est cohérent avec les études de Wild2. Les relevés de composition des silicates de la comète de Halley montrent des compositions riches en fer, ce qui n'est pas particulièrement le cas pour Wild2. Les mesures du taux de cristallinité des comètes restent encore très parcellaires et il est difficile à ce stade de pousser plus loin les comparaisons. De part sa minéralogie, la comète Wild 2 ne semble pas très différente des autres comètes étudiées à ce jour par des méthodes spectroscopiques.

Toutefois, un gros apport de la mission Stardust est l'identification de phases cristallines comparable aux CAI (Zolensky *et al.*, 2006; Chi *et al.*, 2008, 2009; Simon *et al.*, 2008) ou d'origine ignée (Nakamura *et al.*, 2008a; Joswiak *et al.*, 2009). Le grain exsolvé diopside/pigeonite que nous avons étudié en est aussi un exemple.

4.5.3 Que nous apprennent ces observations sur la dynamique du disque protoplanétaire ?

Une des observations les plus importantes du matériau de Wild2 est la présence de phases formées à haute température. Les silicates cristallins riches en magnésium en sont les plus représentatifs. Ces phases cristallines dans les comètes peuvent être à l'origine de condensats de gaz, de recuits de phases amorphes avant leur incorporation sur la comète ou encore de cristallisation à partir d'un liquide comme peuvent l'être les chondres. Nous allons voir dans cette sous section comment se positionnent nos observations faces aux différents modèles de cristallisation de silicates ainsi qu'aux différents modes de redistribution, de brassage du matériau dans le disque protoplanétaire.

4.5.3.1 La formation des silicates cristallins riches en magnésium

Dans le disque protoplanétaire, une partie des grains amorphes composés de fer et magnésium interstellaires sont transformés en cristaux riches en magnésium. Plusieurs processus ont été imaginés et testés en laboratoire. Il s'agit de vaporisation suivie de condensation dans des conditions thermodynamiques favorables, de vaporisation suivie d'une phase de nucléation croissance contrôlées cinétiquement ou encore de recuit de précurseurs amorphes.

Condensation : La formation des silicates cristallins est favorisée thermodynamiquement dans les zones denses et chaudes du disque. Les séquences de condensation de gaz montrent que le premier condensat est une forstérite pure suivie d'une enstatite. Le rapport olivine/pyroxènes diminuerait lorsque le gaz se refroidit amenant jusqu'à des taux de trois fois plus de pyroxène de

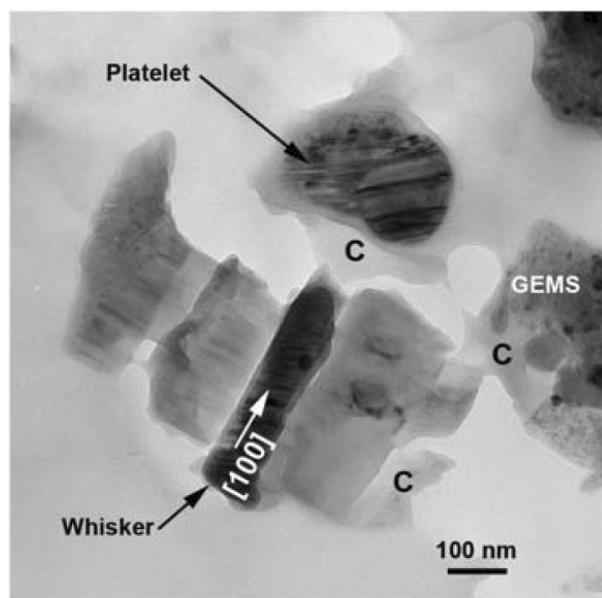


FIGURE 4.27 – Image en champ clair d’une zone d’un CP IDP (U220A19) illustrant un assemblage de “whisker”, “patelet” et GEMS, les trois constituants type d’un IDP. Cliché provenant de Ishii *et al.* (2008a).

1400 à 1200K (Grossman, 1972). Les modèles d’équilibre chimique montrent que l’orthoestatite serait la phase dominante. Ce modèle ne prévoit pas la formation de silicates contenant du fer. Des couronnes de fayalite peuvent être observées autour de grains formés par condensation mais elles sont associées à des processus secondaires.

Deux microstructures d’enstatite sont interprétées comme étant le résultat de processus de condensation. Les “wiskers” d’enstatite présents dans les IDPs sont des cristaux allongés le long de la direction $[100]$ et présentant des défauts planaires perpendiculairement à cette direction (Fig. 4.27) (Bradley, 1994; Bradley *et al.*, 1983; Keller *et al.*, 2000). Les “patelets” sont des cristaux en forme d’assiette, plats, présentant des lamelles de clinoenstatite dans de l’orthoestatite dans les directions $[010]$ et $[001]$. Ces microstructures n’ont pas été observées dans les échantillons de Wild2, mis à part un cristal ressemblant à un wiskers mais allongé dans la direction \vec{c} (Ishii *et al.*, 2008a).

La présence dans les échantillons de Stardust de nombreuses olivines et pyroxènes riches en fer et l’absence d’enstatite présentant une microstructure typique de condensation ne semble pas compatible avec les indices attendus d’un processus de formation des phases cristallines par condensation.

Recuit de précurseurs amorphes : De nombreuses études ont été menées sur ce thème car elles peuvent être assez facilement réalisées expérimentalement en laboratoire. Selon les conditions expérimentales (température, conditions redox de l’environnement, nature des précurseurs amorphes), de large gammes de composition et tailles de grains ont pu être reproduites (Hallenbeck *et al.*, 1998; Roskosz *et al.*, 2009). Le recuit de précurseurs amorphes, d’origine interstellaire peut expliquer, au moins en partie, la présence de silicates cristallins dans les disque, y compris pour les silicates les plus réduits comme les forsterites ou enstatites si les conditions de recuit sont

réductrices, par exemple en présence de matière carbonée (Davoisne *et al.*, 2006).

Il est difficile de conclure sur la formation possible de certains cristaux par recuit de précurseurs amorphe. Les études sur ce domaine sont vastes et les résultats variables. Ce processus est toutefois intéressant pour expliquer la grande proportion de cristaux dans les zones froides de formation des comètes.

Chondres : Les études des échantillons de Stardust ont permis de mettre en évidence la présence très probable de fragments de chondres dans Wild2 (Nakamura *et al.*, 2008b; Joswiak *et al.*, 2009). Cette découverte est importante car elle montre que les chondres ne sont pas restés confinés dans les régions internes du système solaire mais qu'ils ont pu être redistribués dans les régions externes, au delà de Jupiter. Le mécanisme responsable de la formation des chondres peut alors expliquer, au moins en partie, la présence de silicates cristallins dans les comètes.

4.5.3.2 Les modèles de redistribution

Le rapport matière cristalline/matière amorphe, et plus particulièrement celui concernant les silicates, est le paramètre le plus utilisé pour la discussion concernant les modes de brassage de matière dans le disque. Plus particulièrement ce rapport concernant les silicates. La fraction cristalline des grains Wild2 de cette étude est au minimum de 50%, valeur aussi relevée par Westphal *et al.* (2009). En l'absence de transport radial des zones internes vers les zones externes les constituants de Wild2 se seraient formés dans la ceinture de Kuiper, entre 20 et 40 unités astronomiques. Ils seraient alors principalement composés de grains amorphes, n'ayant jamais connus de recuit. Gail (2001) ont calculé la diffusion par mélange radial. Ils montrent qu'une quantité conséquente de matériau cristallin peut peupler les zones de formation des comètes. Néanmoins, pour des taux d'accrétion raisonnables, il n'est pas prévu d'obtenir les taux de cristallinité de l'ordre de 50% relevés dans cette étude. Une étude récente (Ogliore *et al.*, 2009) compare les différents modèles de redistribution et conclue que soit la nébuleuse solaire était bien plus mélangée que ce qui est attendu, soit il existe un modèle de redistribution qui n'est pas encore connu. En effet :

- le modèle de Boss (2008) n'apporterait pas de cristaux au delà de 20 UA.
- le modèle de Vinković (2009) ne serait effectif que pour les grains de taille supérieure à 1 μm . De plus son modèle est réalisé avec une température de l'étoile beaucoup plus élevée que ce qu'il n'est réellement.
- le modèle de (Shu *et al.*, 1996) explique comment le gaz qui est ionisé thermiquement et suit le champ magnétique de l'étoile est expulsé vers les zones froides. Néanmoins, il est impossible de prévoir la quantité de particules éjectées. Il est donc impossible de valider ou non ce modèle avec les observations actuelles.
- le modèle de (Bockelée-Morvan *et al.*, 2002) n'explique pas la fraction cristalline observée dans la nébuleuse jeune. Elle peut toutefois être en accord mais en considérant une nébuleuse primitive très chaude sur l'ensemble du disque (Fig. 4.28). Cependant il s'agit d'un cas particulier car il est prévu que la température varie en fonction de la distance à l'étoile et du temps, ce qui ne valide pas complètement ce modèle.

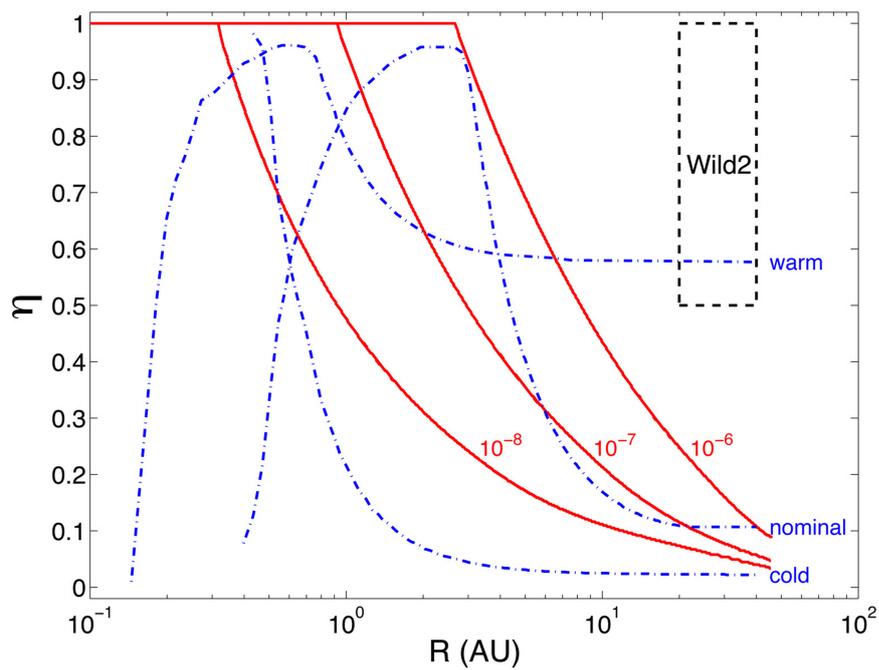


FIGURE 4.28 – Fraction cristalline de composition type olivine en fonction de la distance à l'étoile. Différents taux d'accrétion sont représentés sur les courbes en trait plein (Gail, 2001). Les courbes de la composition enstatite, elles aussi calculées par Gail (2001), sont très proches de celles de l'olivine. La fraction cristalline de Wild2 est représentée par le rectangle en pointillé. Le taux de cristallinité donné par le modèle de Bockelée-Morvan *et al.* (2002) est représenté par les courbes en pointillé. Ce modèle pourrait expliquer le taux de cristallinité de Wild2 si l'on considère une nébuleuse chaude. Cette figure est extraite de Ogliore *et al.* (2009).

Ce qu'apporte notre étude sur ce point est le fait d'observer un mélange de matière d'origines diverse à très petite échelle. En effet, le matériau présent dans le bulbe de la trace n°80 provient d'une unique particule incidente de Wild2 de diamètre estimé à moins de 100 μm . Il présente des grains ayant souffert d'altération aqueuse, des grains d'origine ignée, de la matrice fine de composition CI, des silicates de compositions très variables. Ceci illustre un brassage très efficace dans le disque, probablement plus efficace que ce qui était attendu jusqu'alors. Le temps accordé à cette étape de formation pourrait être plus important que celui admis aujourd'hui, ou la nébuleuse solaire était sujette à des mouvements de matière plus rapides que ceux que l'on modélise à l'heure actuelle.

Conclusion

Cette étude est basée sur l'observation par microscopie électronique à transmission d'échantillons cométaires recueillis par la mission spatiale Stardust. Elle nous a permis d'obtenir des informations très diverses sur les différents constituants minéralogiques de Wild2. Lors de leur capture, la différence de vitesse relative entre les particules incidentes et le collecteur a engendré des événements violents conduisant à la formation de traces de décélérations dans l'aérogel. Généralement une ou plusieurs particules terminales cristallines bien préservées sont localisées en bout de trace mais la majorité des grains constituant les particules incidentes s'est déposée le long de la trace de décélération et principalement dans le bulbe. L'aérogel de collecte a agi comme un filtre séparant les gros grains denses et la matière à petits grains. Cette matière à petits grains a en partie subi des modifications structurales dues au passage dans des régimes de hautes températures associés à la collecte. Les gros grains sont restés relativement bien préservés en conservant leur structure cristalline et leur microstructure initiales. Grâce aux différentes allocations de matériaux cométaire de la NASA nous avons pu étudier des grains appartenant à ces deux familles.

L'étude des particules terminales : Plusieurs phases silicatées ont été caractérisées. Nous avons procédé à une étude détaillée des microstructures, ce qui est très peu documenté dans les travaux publiés sur les échantillons de Stardust. Seuls les travaux de Schmitz & Brenker (2008); Tomeoka *et al.* (2008) et Ishii *et al.* (2008a) apportent des éléments descriptifs. Cette étude renseigne sur le caractère inhomogène et complexe des échantillons de Wild2. La nature chimique des constituants ainsi que leur microstructure se sont révélées très différentes. D'une part de la pigeonite maclée révélatrice d'une cinétique rapide de refroidissement et d'autre part un grain exsolvé augite/pigeonite dans un environnement d'orthoénstatite, tout deux révélateurs d'une cinétique plus lente. Le grain de diopside exsolvé montre que des phases ayant connu des événements haute température sont présentes dans les comètes, confirmant ainsi l'existence de redistribution des matériaux dans le disque protosolaire jeune.

L'étude des grains cristallins présents dans les murs de bulbe : Nous avons réalisé la première étude de la minéralogie des grains cristallins présents dans les murs des traces de décélération. Ceci a permis de montrer que la fraction cristalline de ce matériau est supérieure à 0,5, ainsi que de confirmer les résultats de Leroux *et al.* (2010) et Zolensky *et al.* (2008b) concernant la proportion olivine/pyroxène. L'étude montre que cette proportion est inférieure à 1,5. Les larges champs de composition des silicates renseignent sur le caractère non équilibré des

grains à l'échelle d'une seule particule incidente. Le brassage des particules dans le disque est probablement plus intense que ce qui est imaginé jusqu'alors. L'identification de la magnétite sous forme de framboïde est une preuve certaine de la présence de phase d'altération dans Wild2, en accord avec les résultats de Bridges *et al.* (2010). De petites phases mineures, la brownmillérite et la fluorapatite permettent de confirmer la présence de phases altérée dans Wild2. Ceci renforce l'idée de la probable présence de phyllosilicates dans les particules de Stardust, ces derniers n'aurait pas pu survivre aux conditions de haute température de la collecte.

L'étude des grains vitrifiés présents dans les murs de bulbe : Ce matériau cométaire a beaucoup souffert de la collecte ce qui a affecté principalement la microstructure et la composition chimique des plus petites particules. L'étude de ce type d'échantillon a nécessité la mise en place d'une méthodologie particulière afin d'obtenir des informations sur sa structure et sa composition initiales.

Nous avons pu isoler et comprendre les principaux effets dus à la collecte dans l'aérogel afin d'obtenir des informations sur ce matériau vitrifié interprété dans un premier temps comme des GEMS par la communauté Stardust (Brownlee *et al.*, 2006; Zolensky *et al.*, 2006; Keller *et al.*, 2006). Il était vraisemblablement avant la collecte constitué d'un assemblage de petits cristaux sub-micrométriques, probablement des silicates et sulfures de fer, pouvait aussi contenir des GEMS, le tout emprisonné dans une matrice organique. Cette matrice fine était le liant des plus gros cristaux définis dans les deux précédentes catégories de matériau. La composition moyenne de cette matrice fine est proche de celle des matériaux plus primitifs, soit la composition CI. La reconstruction de la particule avant l'interaction avec l'aérogel s'apparente à de la matrice de chondrite primitive relativement peu altérée.

La composition moyenne des grains de cette trace se trouve dans le champ des chondrites carbonées, très proche des CM. La composition moyenne de la matrice fine (grain vitrifiés) est proche de la composition CI. Ceci distingue minéralogiquement Wild2 des autres objets extraterrestres.

Tirs expérimentaux Nous avons réalisé des expériences de tir de silicates (olivine et pyroxène) dans des cibles d'aérogel. Ces expériences nous ont permis de mettre en évidence la formation de dislocations dans les particules terminales assignée aux contraintes thermiques. D'autre part, il nous a été possible de part la composition des couronnes amorphes de déterminer la température subie par les grains durant la collecte. Enfin nous avons pu montrer que l'enstatite est bien moins résistante que l'olivine aux conditions de capture. La différence est due au grand différentiel de température de fusion entre ces deux phases.

Perspectives

Il nous semble important de continuer l'investigation des échantillons de Stardust en microscopie électronique en transmission. La richesse des informations contenues dans une centaine de picogrammes de matière cométaire présage de nombreuses découvertes sur l'étude des quelques microgrammes de la collecte. La microscopie électronique en transmission et la technique la plus

adaptée pour l'étude de ce type de matériau finement divisé. Elle nous a permis d'identifier de petites phases cristallines de quelques centaines de nanomètres qui n'avaient pas été suspectées jusqu'alors. L'étude doit être privilégiée sur des échantillons localisés dans les murs des traces de décélération. Ils sont plus représentatifs et la préparation d'échantillon consistant à écraser un bloc d'aérogel contenant une partie de bulbe permet d'obtenir des grilles de microscopie riches en matériau. Cette technique de préparation pourrait être pratiquée sur les bulbes des traces C2027-2-69 et C2027-3-32, dont nous avons caractérisé les particules terminales, afin de faire le lien entre le matériau à gros et à petit grain.

Un deuxième axe serait de continuer l'analyse des grains vitrifiés. Les deux points majeurs auxquels il faut s'intéresser sont la présence de GEMS et la présence de phyllosilicates. Pour ces derniers, des tirs expérimentaux de phyllosilicates ayant une taille de grain inférieure à quelques micromètres permettraient de compléter les observations faites à partir de tirs expérimentaux de phyllosilicates à grande taille de grains de (Noguchi *et al.*, 2007) et d'identifier ainsi plus facilement les reliques de ces constituants dans les échantillons de Stardust. Les bulles ayant formé les cavités des grains vitrifiés sont probablement issues de leur dégazage. Concernant les GEMS, il n'est pas possible d'en synthétiser en laboratoire pour étudier leur interaction avec l'aérogel. Leur identification restera probablement problématique dans les échantillons de Stardust.

Un travail important mériterait d'être développé sur les états redox des échantillons de Wild 2. Il est en effet essentiel de positionner ce champ dans le diagramme d'Urey-Craig qui permet de classer les météorites en fonction du degré d'oxydation du fer. Ce travail a été initié par Westphal *et al.* (2009) qui ont effectué des mesures par synchrotron (μ XRF : micro X-ray Fluorescence et μ XANES : micro X-ray Absorption Near Edge Structure) sur 194 fragments issus de 11 traces de décélération de Stardust. Ils ont trouvé un rapport $Fe_{\text{réduit}} / Fe_{\text{oxydé}}$ égal à 2,34, plaçant ainsi le matériau de Wild2 dans le champ des chondrites ordinaires H, L, des chondrites carbonées CR et des chondrites K. Le champ de composition déduit est très large. L'étude plus locale des grains contenus dans les échantillons préparés par la méthode du bloc d'aérogel compressé pourrait permettre de raffiner ces mesures et de visualiser différemment la position de la matière Wild2 dans ce diagramme. Cette étude pourrait être menée en microscopie à balayage par transmission de rayons X (STXM : Scanning Transmission X-ray Microscopy) associée au XANES, avec un couplage en microscopie électronique en transmission afin de parfaire la correspondance minéralogique.

Bibliographie

- ABREU N. M. & BREARLEY A. J. Early solar system processes recorded in the matrices of two highly pristine cr3 carbonaceous chondrites, met 00426 and que 99177. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **74** : 1146–1171, 2010.
- A'HEARN M. F., BELTON M. J. S., DELAMERE W. A., KISSEL J., KLAASEN K. P., MCFADDEN L. A., MEECH K. J., MELOSH H. J., SCHULTZ P. H., SUNSHINE J. M., THOMAS P. C., VEVERKA J., YEOMANS D. K., BACA M. W., BUSKO I., CROCKETT C. J., COLLINS S. M., DESNOYER M., EBERHARDY C. A., ERNST C. M., FARNHAM T. L., FEAGA L., GROUSSIN O., HAMPTON D., IPATOV S. I., LI J.-Y., LINDLER D., LISSE C. M., MASTRODEMOS N., OWEN W. M., RICHARDSON J. E., WELLNITZ D. D., & WHITE R. L. Deep impact : Excavating comet tempel 1. *Science*, **310** : 258–264, 2005.
- ANDERSON W. W. Physics of Interplanetary Dust Collection with Aerogel. *NASA STI/Recon Technical Report N*, **98** : 97922, 1998.
- ANDERSON W. W. & AHRENS T. J. Physics of interplanetary dust capture via impact into organic polymer foams. *Journal of Geophysical Research*, **99** : 2063–2071, 1994.
- ASHWORTH J. R. Deformation Mechanisms in Mildly Shocked Chondritic Diopside. *Meteoritics*, **15**(2) : 105–115, 1980.
- ASHWORTH J. R. Transmission electron microscopy of l-group chondrites. i natural shock effects. *Earth and Planetary Science Letters*, **73** : 17–32, 1985.
- ASHWORTH J. R. & BARBER D. J. Electron petrography of shock effects in a gas-rich enstatite achondrite. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **49** : 149–162, 1975.
- AVÉ LALLEMANT H. Experimental deformation of diopside and websterite. *Technophysics*, **48** : 1–27, 1978.
- BARRETT R. A., ZOLENSKY M. E., HORZ F., LINDSTROM D. J., & GIBSON E. K. Suitability of silica aerogel as a capture medium for interplanetary dust. *Lunar and Planetary Science Conference Proceedings*, volume **22**, abstract 203–212, 1992.
- BLUM J., SCHRÄPLER R., DAVIDSSON B. J. R., & TRIGO-RODRÍGUEZ J. M. The physics of protoplanetesimal dust agglomerates. i. mechanical properties and relations to primitive bodies in the solar system. *The Astrophysical Journal*, **652** : 1768–1781, 2006.

- BOCKELÉE-MORVAN D., GAUTIER D., HERSANT F., HURÉ J. M., & ROBERT F. Turbulent radial mixing in the solar nebula as the source of crystalline silicates in comets. *Astronomy and Astrophysics*, **384** : 1107–1118, 2002.
- BOSS A. P. Mixing in the solar nebula : Implications for isotopic heterogeneity and large-scale transport of refractory grains. *Earth and Planetary Science Letters*, **268** : 102–109, 2008.
- BÖSTROM K. & FREDERIKSSON K. Surface conditions of the orgeuil meteorite parent body as indicated by mineral associations. *Smithsonian Misc. Coll.*, **151** : 39, 1966.
- BOUWMAN J., HENNING T., HILLENBRAND L. A., MEYER M. R., PASCUCCI I., CARPENTER J., HINES D., KIM J. S., SILVERSTONE M. D., HOLLENBACH D., & WOLF S. The formation and evolution of planetary systems : Grain growth and chemical processing of dust in t tauri systems. *The Astrophysical Journal*, **683** : 479–498, 2008.
- BOUWMAN J., MEEUS G., KOTER A. D., HONY S., DOMINIK C., & WATERS L. B. F. M. Processing of silicate dust grains in herbig ae/be systems. *Astronomy and Astrophysics*, **375** : 950–962, 2001.
- BRADLEY J. P. Mineralogy of nanometer-sized grains in chondritic interplanetary dust. *Meteoritics*, **24** : 254, 1989.
- BRADLEY J. P. Chemically Anomalous, Preaccretionally Irradiated Grains in Interplanetary Dust From Comets. *Science*, **265** : 925–929, 1994.
- BRADLEY J. P. Interplanetary dust particles. *Treatise on Geochemistry*, **1** : 689–711, 2003.
- BRADLEY J. P., BROWNLEE D. E., & VELEN D. R. Pyroxene whiskers and platelets in interplanetary dust - evidence of vapour phase growth. *Nature*, **301** : 473–477, 1983.
- BRADLEY J. P., HUMECKI H. J., & GERMANI M. S. Combined infrared and analytical electron microscope studies of interplanetary dust particles. *The Astrophysical Journal*, **394** : 643–651, 1992.
- BRADLEY J. P., KELLER L. P., BROWNLEE D. E., & THOMAS K. L. Reflectance spectroscopy of interplanetary dust particles. *Meteoritics and Planetary Science*, **31** : 394–402, 1996.
- BRADLEY J. P., KELLER L. P., SNOW T. P., HANNER M. S., FLYNN G. J., GEZO J. C., CLEMETT S. J., BROWNLEE D. E., & BOWEY J. E. An infrared spectral match between gems and interstellar grains. *Science*, **285** : 1716–1718, 1999.
- BREARLEY A. J. Nature and origin of matrix in the unique type 3 chondrite, kakangari. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **53** : 2395–2411, 1989.
- BREARLEY A. J. Mineralogical and chemical studies of matrix in the adelaide meteorite, a unique carbonaceous chondrite with affinities to ALH A77307 (CO3). *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **22**, abstract 133, 1991.

- BREARLEY A. J. Matrix and fine-grained rims in the unequilibrated CO₃ chondrite, ALHA77307 - origins and evidence for diverse, primitive nebular dust components. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **57** : 1521–1550, 1993.
- BREARLEY A. J. Nature of matrix in unequilibrated chondrites and its possible relationship to chondrules. *Chondrules and the Protoplanetary Disk*, abstract 137–151, 1996.
- BREARLEY A. J. & JONES R. H. Planetary materials, review in mineralogy. *Mineralogical Society of America*, **36** : 3.1–3.398, 1998.
- BREARLEY A. J., JONES R. H., & PAPIKE J. J. Chondrite thermal histories from low-ca pyroxene microstructures : Autometamorphism versus prograde metamorphism revisited. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **24**, abstract 185, 1993.
- BRIDGES J. C., BURCHELL M. J., CHANGELA H. C., FOSTER N. J., CREIGHTON J. A., CARPENTER J. D., GURMAN S. J., FRANCHI I. A., & BUSEMANN H. Iron oxides in comet 81p/wild 2. *Meteoritics and Planetary Science*, **45** : 55–72, 2010.
- BROWNLEE D. E. Interplanetary dust : Possible implications for comets and pre-solar interstellar grains. *IAU Colloq. 52 : Protostars and Planets*, abstract 134, 1978.
- BROWNLEE D. E. Comets. *Meteorites, Comets and Planets : Treatise on Geochemistry, Volume 1*, abstract 663. 2005.
- BROWNLEE D. E., HORZ F., HRUBSCH L., McDONNELL J. A. M., TSOU P., & WILLIAMS J. Eureka! aerogel capture of meteoroids in space. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **25**, abstract 183, 1994.
- BROWNLEE D. E., HORZ F., NEWBURN R. L., ZOLENSKY M., DUXBURY T. C., SANDFORD S., SEKANINA Z., TSOU P., HANNER M. S., CLARK B. C., GREEN S. F., & KISSEL J. Surface of young jupiter family comet 81 p/wild 2 : View from the stardust spacecraft. *Science*, **304** : 1764–1769, 2004.
- BROWNLEE D. E., JOSWIAK D. J., MATRAJT G., BRADLEY J. P., & EBEL D. S. Ultra-refractory attogram inclusions in comet dust - first condensates? *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **39**, abstract 1978, 2008.
- BROWNLEE D. E., TSOU P., ANDERSON J. D., HANNER M. S., NEWBURN R. L., SEKANINA Z., CLARK B. C., HÖRZ F., ZOLENSKY M. E., KISSEL J., McDONNELL J. A. M., SANDFORD S. A., & TUZZOLINO A. J. Stardust : Comet and interstellar dust sample return mission. *Journal of Geophysical Research*, **108** : 8111, 2003.
- BROWNLEE D., TSOU P., ALEON J., ALEXANDER C. M. O., ARAKI T., BAJT S., BARATTA G. A., BASTIEN R., BLAND P., BLEUET P., BORG J., BRADLEY J. P., BREARLEY A., BRENKER F., BRENNAN S., BRIDGES J. C., BROWNING N. D., BRUCATO J. R., BULLOCK E., BURCHELL M. J., BUSEMANN H., BUTTERWORTH A., CHAUSSIDON M., CHEUVRONT A., CHI M., CINTALA M. J., CLARK B. C., CLEMETT S. J., CODY G., COLANGELI L.,

- COOPER G., CORDIER P., DAGHLIAN C., DAI Z., D'HENDECOURT L., DJOUADI Z., DOMINGUEZ G., DUXBURY T., DWORKIN J. P., EBEL D. S., ECONOMOU T. E., FAKRA S., FAIREY S. A. J., FALLON S., FERRINI G., FERROIR T., FLECKENSTEIN H., FLOSS C., FLYNN G., FRANCHI I. A., FRIES M., GAINSFORTH Z., GALLIEN J.-P., GENGE M., GILLES M. K., GILLET P., GILMOUR J., GLAVIN D. P., GOUNELLE M., GRADY M. M., GRAHAM G. A., GRANT P. G., GREEN S. F., GROSSEMY F., GROSSMAN L., GROSSMAN J. N., GUAN Y., HAGIYA K., HARVEY R., HECK P., HERZOG G. F., HOPPE P., HORZ F., HUTH J., HUTCHEON I. D., IGNATYEV K., ISHII H., ITO M., JACOB D., JACOBSEN C., JACOBSEN S., JONES S., JOSWIAK D., JUREWICZ A., KEARSLEY A. T., KELLER L. P., KHODJA H., KILCOYNE A. D., KISSEL J., KROT A., LANGENHORST F., LANZIROTTI A., LE L., LESHIN L. A., LEITNER J., LEMELLE L., LEROUX H., LIU M.-C., LUENING K., LYON I., MACPHERSON G., MARCUS M. A., MARHAS K., MARTY B., MATRAJT G., MCKEEGAN K., MEIBOM A., MENNELLA V., MESSENGER K., MESSENGER S., MIKOUCHI T., MOSTEFAOUI S., NAKAMURA T., NAKANO T., NEWVILLE M., NITTLER L. R., OHNISHI I., OHSUMI K., OKUDAIRA K., PAPANASTASSIOU D. A., PALMA R., PALUMBO M. E., PEPIN R. O., PERKINS D., PERRONNET M., PIANETTA P., RAO W., RIETMEIJER F. J. M., ROBERT F., ROST D., ROTUNDI A., RYAN R., SANDFORD S. A., SCHWANDT C. S., SEE T. H., SCHLUTTER D., SHEFFIELD-PARKER J., SIMIONOVICI A., SIMON S., SITNITSKY I., SNEAD C. J., SPENCER M. K., STADERMANN F. J., STEELE A., STEPHAN T., STROUD R., SUSINI J., SUTTON S. R., SUZUKI Y., TAHERI M., TAYLOR S., TESLICH N., TOMEOKA K., TOMIOKA N., TOPPANI A., TRIGO-RODRIGUEZ J. M., TROADEC D., TSUCHIYAMA A., TUZZOLINO A. J., TYLISZCZAK T., UESUGI K., VELBEL M., VELLENGA J., VICENZI E., VINCZE L., WARREN J., WEBER I., WEISBERG M., WESTPHAL A. J., WIRICK S., WOODEN D., WOPENKA B., WOZNIAKIEWICZ P., WRIGHT I., YABUTA H., YANO H., YOUNG E. D., ZARE R. N., ZEGA T., ZIEGLER K., ZIMMERMAN L., ZINNER E., & ZOLENSKY M. Research article - Comet 81P/Wild 2 under a microscope. *Science*, **314** : 1711–1716, 2006.
- BRUCATO J. R., MENNELLA V., COLANGELI L., ROTUNDI A., & PALUMBO P. Production and processing of silicates in laboratory and in space. *Planetary and Space Science*, **50** : 829–837, 2002.
- BRUCATO J. R., STRAZZULLA G., BARATTA G., & COLANGELI L. Forsterite amorphisation by ion irradiation : Monitoring by infrared spectroscopy. *Astronomy and Astrophysics*, **413** : 395–401, 2004.
- BUDDINGTON A. F. & LINDSLEY D. H. Iron-titanium oxide minerals and synthetic equivalents. *Journal of Petrology*, **5** : 310–357, 1964.
- BUNCH T. E., CASSEN P., PODOLAK M., REYNOLDS R., CHANG S., SCHULTZ P., BROWNLEE D., & LISSAUER J. Are some chondrule rims formed by impact processes ? - observations and experiments. *Icarus*, **91** : 76–92, 1991.
- BURCHELL M. J., CREIGHTON J. A., COLE M. J., MANN J., & KEARSLEY A. T. Capture of particles in hypervelocity impacts in aerogel. *Meteoritics and Planetary Science*, **36** : 209–221, 2001.

- BURCHELL M. J., FAIREY S. A. J., FOSTER N. J., & COLE M. J. Hypervelocity capture of particles in aerogel : Dependence on aerogel properties. *Planetary and Space Science*, **57** : 58–70, 2009.
- BURCHELL M. J., FAIREY S. A. J., WOZNIAKIEWICZ P., BROWNLEE D. E., HOERZ F., KEARSLEY A. T., SEE T. H., TSOU P., WESTPHAL A., GREEN S. F., TRIGO-RODRIGUEZ J. M., & DOMINGUEZ G. Characteristics of cometary dust tracks in Stardust aerogel and laboratory calibrations. *Meteoritics & Planetary Science*, **43**(1-2) : 23–40, 2008.
- BURCHELL M. J. & KEARSLEY A. T. Short-period Jupiter family comets after Stardust. *Planetary and Space Science*, **57**(10) : 1146–1161, 2009.
- BURCHELL M. J., THOMSON R., & YANO H. Capture of hypervelocity particles in aerogel : in ground laboratory and low earth orbit. *Planetary and Space Science*, **47**(1-2) : 189–204, 1999.
- BUSECK P. R., NORD G. L., & VEBLEN D. R. *Pyroxenes*, chapitre Subsolidus phenomena in pyroxenes, abstract 117–211. Reviews in Mineralogy, vol. 7. Washington, D. C. : Mineralogical Society of America, 1980.
- CARLSON W. D. Subsolidus phase equilibria on the forsterite-saturated join $Mg_2Si_2O_6 - CaMgSi_2O_6$ at atmospheric pressure. *American Mineralogist*, **73** : 232–241, 1988.
- CARREZ P., DEMYK K., CORDIER P., GENGEMBRE L., GRIMBLOT J., D’HENDECOURT L., JONES A. P., & LEROUX H. Low-energy helium ion irradiation-induced amorphization and chemical changes in olivine : Insights for silicate dust evolution in the interstellar medium. *Meteoritics and Planetary Science*, **37** : 1599–1614, 2002.
- CHAMPNESS P. E. & LORIMER G. W. An electron microscopic study of a lunar pyroxene. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **33** : 171–183, 1971.
- CHAMPNESS P., CLIFF G., & LORIMER G. Quantitative analytical electron-microscopy of metals and minerals. *Ultramicroscopy*, **8**(1-2) : 121–131, 1982.
- CHAVANIS P. H. Trapping of dust by coherent vortices in the solar nebula. *Astronomy and Astrophysics*, **356** : 1089–1111, 2000.
- CHI M., ISHI H., DAI Z. R., SIMON S. B., BROWNING N. D., & BRADLEY J. P. (s)tem characterization on the refractory minerals from comet 81p/wild-2. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **39**, abstract 2321, 2008.
- CHI M., ISHII H. A., SIMON S. B., BRADLEY J. P., DAI Z., JOSWIAK D., BROWNING N. D., & MATRAJT G. The origin of refractory minerals in comet 81P/Wild 2. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **73**(23) : 7150–7161, 2009.
- CHRISTOFFERSEN R. & BUSECK P. R. Epsilon carbide - a low-temperature component of interplanetary dust particles. *Science*, **222** : 1327–1329, 1983.
- CIESLA F. J. Outward Transport of High-Temperature Materials Around the Midplane of the Solar Nebula. *Science*, **318** : 613–616, 2007.

- CLIFF G. & LORIMER G. Quantitative-analysis of thin specimens. *Journal of microscopy-Oxford*, **103** : 203–207, 1975.
- COCKAYNE D., RAY I., & WHELAN M. Investigations of dislocation strain field using weak beams. *Philosophical Magazine*, **20** : 1265–1270, 1969.
- COE R. & KIRBY S. The orthoenstatite to clinoenstatite transformation by shearing and reversion by annealing : Mechanism and potential applications. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **52** : 29–55, 1975.
- CROVISIER J. L'exploration spatiale des comètes et des astéroïdes. *L'astronomie*, **118** : 511–517, 2004.
- CROVISIER J., BROOKE T. Y., LEECH K., BOCKELÉE-MORVAN D., LELLOUCH E., HANNER M. S., ALTIERI B., KELLER H. U., LIM T., ENCRENAZ S., GRIFFIN M., GRAAUW T.D., DISHOECK E.V., & KNACKE R. F. The thermal infrared spectra of comets hale-bopp and 103p/hartley 2 observed with the infrared space observatory. *Thermal Emission Spectroscopy and Analysis of Dust, Disks, and Regoliths*, **196** : 109–117, 2000.
- CROVISIER J., LEECH K., BOCKELÉE-MORVAN D., BROOKE T. Y., HANNER M. S., ALTIERI B., KELLER H. U., & LELLOUCH E. The spectrum of comet hale-bopp (c/1995 01) observed with the infrared space observatory at 2.9 au from the sun. *Science*, **275** : 1904–1907, 1997.
- DAI Z. R. & BRADLEY J. P. Iron-nickel sulfides in anhydrous interplanetary dust particles. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **65** : 3601–3612, 2001.
- DAVOISNE C., DJOUADI Z., LEROUX H., D'HENDECOURT L., JONES A., & DEBOFFLE D. The origin of GEMS in IDPs as deduced from microstructural evolution of amorphous silicates with annealing. *Astronomy and Astrophysics*, **448** : L1–L4, 2006.
- DEMYK K., CARREZ P., LEROUX H., CORDIER P., JONES A. P., BORG J., QUIRICO E., RAYNAL P. I., & D'HENDECOURT L. Structural and chemical alteration of crystalline olivine under low energy he⁺ irradiation. *Astronomy and Astrophysics*, **368** : L38–L41, 2001.
- DEMYK K., DARTOIS E., WIESEMAYER H., JONES A. P., & D'HENDECOURT L. Structure and chemical composition of the silicate dust around OH/IR stars. *Astronomy and Astrophysics*, **364** : 170–178, 2000.
- DEMYK K., D'HENDECOURT L., LEROUX H., JONES A. P., & BORG J. IR spectroscopic study of olivine, enstatite and diopside irradiated with low energy H⁺ and He⁺ ions. *Astronomy and Astrophysics*, **420** : 233–243, 2004.
- DESCH S. J. & CUZZI J. N. The generation of lightning in the solar nebula. *Icarus*, **143** : 87–105, 2000.
- DJOUADI Z., D'HENDECOURT L., LEROUX H., JONES A. P., BORG J., DEBOFFLE D., & CHAUVIN N. First determination of the (re)crystallization activation energy of an irradiated olivine-type silicate. *Astronomy and Astrophysics*, **440** : 179–184, 2005.

- DOBRICÀ E., ENGRAND C., DUPRAT J., GOUNELLE M., LEROUX H., QUIRICO E., & ROUZAUD J.-N. Connection between micrometeorites and wild 2 particles : From antarctic snow to cometary ices. *Meteoritics and Planetary Science*, **44** : 1643–1661, 2009.
- DOBRICÀ E., ENGRAND C., LEROUX H., & DUPRAT J. Investigation of ultracarbonaceous antarctic micrometeorites by analytical transmission electron microscopy. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **41**, abstract 1613, 2010.
- DOMINGUEZ G. Time evolution and temperatures of hypervelocity impact-generated tracks in aerogel. *Meteoritics & Planetary Science*, **44**(10) : 1431–1443, 2009.
- DOMÍNGUEZ G., WESTPHAL A. J., JONES S. M., & PHILLIPS M. L. F. Energy loss and impact cratering in aerogels : theory and experiment. *Icarus*, **172**(2) : 613–624, 2004.
- DOMINIK C., BLUM J., CUZZI J. N., & WURM G. Growth of dust as the initial step toward planet formation. *Protostars and Planets V*, abstract 783–800, 2007.
- DUFRESNE E. R. & ANDERS E. On the chemical evolution of the carbonaceous chondrites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **26** : 1085–1092, 1962.
- DUNCAN M. J. & LEVISON H. F. A scattered comet disk and the origin of jupiter family comets. *Science*, **276** : 1670–1672, 1997.
- DUPRAT J., DOBRICA E., ENGRAND C., ALÉON J., MARROCCHI Y., MOSTEFAOUI S., MEIBOM A., LEROUX H., ROUZAUD J. N., GOUNELLE M., & ROBERT F. Extreme deuterium excesses in ultracarbonaceous micrometeorites from central antarctic snow. *Science*, **328** : 742–745, 2010.
- DUPRAT J., ENGRAND C., MAURETTE M., GOUNELLE M., & KURAT G. Micrometeorites from central antarctic snow : the concordia-collection. *35th COSPAR Scientific Assembly*, volume **35**, abstract 2741, 2004.
- DUPRAT J., ENGRAND C., MAURETTE M., KURAT G., GOUNELLE M., & HAMMER C. Micrometeorites from Central Antarctic snow : The CONCORDIA collection. *Advances in Space Research*, **39** : 605–611, 2007.
- DURDA D. D. & STERN S. A. Collision rates in the present-day kuiper belt and centaur regions : Applications to surface activation and modification on comets, kuiper belt objects, centaurs, and pluto-charon. *Icarus*, **145** : 220–229, 2000.
- EBEL D. & GROSSMAN L. Condensation in dust-enriched systems. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **64** : 339–366, 2000.
- ELLISON D. C., DRURY L., & MEYER J. Galactic cosmic rays from supernova remnants. ii. shock acceleration of gas and dust. *The Astrophysical Journal*, **487** : 197, 1997.
- ENGRAND C. Oxygen isotopic compositions of individual minerals in antarctic micrometeorites : Further links to carbonaceous chondrites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **63** : 2623–2636, 1999.

- FABIAN D., JÄGER C., HENNING T., DORSCHNER J., & MUTSCHKE H. Steps toward interstellar silicate mineralogy. v. thermal evolution of amorphous magnesium silicates and silica. *Astronomy and Astrophysics*, **364** : 282–292, 2000.
- FARINELLA P. & DAVIS D. R. Short-period comets : Primordial bodies or collisional fragments? *Science*, **273** : 938–941, 1996.
- FLYNN G. J. Changes to the composition and mineralogy of interplanetary dust particles by terrestrial encounters. *Analysis of Interplanetary Dust Particles*, volume **310**, abstract 127, 1994.
- FLYNN G. J., LEROUX H., TOMEOKA K., TOMIOKA N., OHNISHI I., MIKOUCHI T., WIRICK S., KELLER L. P., JACOBSEN C., & SANDFORD S. A. Carbonate in comets : A comparison of comets 1p/halley, 9p/temple 1, and 81p/wild 2. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **39**, abstract 1979, 2008.
- FOGEL R. A. Aubrite basalt vitrophyres : The missing basaltic component and high-sulfur silicate melts. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **69** : 1633–1648, 2005.
- FOMENKOVA M. N. From stardust to planetesimals. *Astronomical Society of the Pacific Conference Series*, **122** : 415–421, 1997.
- FRAUNDORF P. Interplanetary dust in the transmission electron microscope - diverse materials from the early solar system. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **45** : 915–937, 1981.
- GAIL H.-P. Radial mixing in protoplanetary accretion disks. i. stationary disc models with annealing and carbon combustion. *Astronomy and Astrophysics*, **378** : 192–213, 2001.
- GAIL H.-P. Radial mixing in protoplanetary accretion disks. iv. metamorphosis of the silicate dust complex. *Astronomy and Astrophysics*, **413** : 571–591, 2004.
- GAIL H.-P. & SEDLMAYR E. The primary condensation process for dust around late m-type stars. *Astronomy and Astrophysics*, **166** : 225–236, 1986.
- GAIL H.-P. & SEDLMAYR E. Mineral formation in stellar winds. i. condensation sequence of silicate and iron grains in stationary oxygen rich outflows. *Astronomy and Astrophysics*, **347** : 594–616, 1999.
- GALLIEN J.-P., KHODJA H., HERZOG G. F., TAYLOR S., KOEPEL E., DAGHLIAN C. P., FLYNN G. J., SITNITSKY I., LANZIROTTI A., SUTTON S., & KELLER L. P. Characterization of carbon- and nitrogen-rich particle fragments captured from comet 81p/wild 2. *Meteoritics and Planetary Science*, **43** : 335–351, 2008.
- GERMANI M. S., BRADLEY J. P., & BROWNLEE D. E. Automated thin-film analyses of hydrated interplanetary dust particles in the analytical electron microscope. *Earth and Planetary Science Letters*, **101** : 162–179, 1990.

- GLASSMEIER K.-H., BOEHNHARDT H., KOSCHNY D., KÜHRT E., & RICHTER I. The rosetta mission : Flying towards the origin of the solar system. *Space Science Reviews*, **128** : 1–21, 2007.
- GOLDREICH P. & WARD W. R. The Formation of Planetesimals. *Astrophysical Journal*, **183** : 1051–1062, 1973.
- GOMES R. Planetary science : Conveyed to the kuiper belt. *Nature*, **426** : 393–395, 2003.
- GREEN S. F., MCDONNELL J. A. M., MCBRIDE N., COLWELL M. T. S. H., TUZZOLINO A. J., ECONOMOU T. E., TSOU P., CLARK B. C., & BROWNEE D. E. The dust mass distribution of comet 81p/wild 2. *Journal of Geophysical Research*, **109**, 2004.
- GRESHAKE A. The primitive matrix components of the unique carbonaceous chondrite acfer 094 : A tem study. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **61** : 437–452, 1997.
- GRESHAKE A., KROT A. N., & KEIL K. Mineralogy and chemistry of fine-grained matrices, rims, and dark inclusions in the cr carbonaceous chondrites acfer/el djouf 001 and the ungrouped carbonaceous chondrites acfer 094 and adelaide. *Workshop on Chondrites and the Protoplanetary Disk*, abstract 9041, 2004.
- GRIGGS D., TURNER F., & HEARD H. Deformation of rocks at 500Å°c to 800Å°c. *Rock Deformation : Geological Society of America*, **79** : 39–104, 1960.
- GROSSEMY F., BORG J., DJOUADI Z., SIMIONOVICI A., LEMELLE L., EICHERT D., DEBOFFLE D., WESTPHAL A. J., & SNEAD C. In-situ fe xanes of extraterrestrial grains trapped in aerogel collectors : An analytical test for the interpretation of stardust samples analyses. *Planetary and Space Science*, **55** : 966–973, 2008.
- GROSSMAN J. N., RUBIN A. E., NAGAHARA H., & KING E. A. Properties of chondrules. *Meteorites and the Early Solar System*, abstract 619–659. 1988.
- GROSSMAN L. Condensation in the primitive solar nebula. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **36** : 597–619, 1972.
- GROSSMAN L. Refractory inclusions in the allende meteorite. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*, **8** : 559–608, 1980.
- GROSSMAN L. & LARIMER J. Early chemical history of the solar system. *Reviews of Geophysics and Space Physics*, **12** : 71–101, 1974.
- GROVE T. L. Use of Exsolution Lamellae in Lunar Clinopyroxenes as Cooling Rate Speedometers - an Experimental Calibration. *American Mineralogist*, **67**(3-4) : 251–268, 1982.
- HALLENBECK S. L., NUTH J. A., & DAUKANTAS P. L. Mid-infrared spectral evolution of amorphous magnesium silicate smokes annealed in vacuum : Comparison to cometary spectra. *Icarus*, **131** : 198–209, 1998.

- HANNER M. S. Remote sensing of cometary dust and comparisons to idps. *Analysis of Interplanetary Dust Particles*, volume **310**, abstract 23, 1994.
- HANNER M. S. Composition and optical properties of cometary dust. *IAU Colloq. 150 : Physics, Chemistry, and Dynamics of Interplanetary Dust*, volume **104**, abstract 367, 1996.
- HANNER M. S., GEHRZ R. D., HARKER D. E., HAYWARD T. L., LYNCH D. K., MASON C. C., RUSSELL R. W., WILLIAMS D. M., WOODEN D. H., & WOODWARD C. E. Thermal emission from the dust coma of comet hale-bopp and the composition of the silicate grains. *Earth Moon and Planets*, **79** : 247–264, 1997.
- HANNER M. S., LYNCH D. K., & RUSSELL R. W. The 8-13 micron spectra of comets and the composition of silicate grains. *The Astrophysical Journal*, **425** : 274–285, 1994.
- HARKER D. E. & DESCH S. J. Annealing of silicate dust by nebular shocks at 10 au. *The Astrophysical Journal*, **565** : L109–L112, 2002.
- HARKER D. E., WOODEN D. H., WOODWARD C. E., & LISSE C. M. Grain properties of comet c/1995 o1 (hale-bopp). *The Astrophysical Journal*, **580** : 579–597, 2002.
- HARKER D. E., WOODWARD C. E., & WOODEN D. H. The dust grains from 9p/tempel 1 before and after the encounter with deep impact. *Science*, **310** : 278–280, 2005.
- HONG Y. & FEGLEY J., B. Experimental studies of magnetite formation in the solar nebula. *Meteoritics and Planetary Science*, **33** : 1101–1112, 1998.
- HOPPE P., KURAT G., WALTER J., & MAURETTE M. Trace elements and oxygen isotopes in a cai-bearing micrometeorite from antarctica. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **26**, abstract 623, 1995.
- HORNEMANN U. & MÜLLER W. F. Shock-induced deformation twins in clinopyroxene. *Neues Jahrb Mineral Monatsh*, **6** : 247–255, 1971.
- HÖRZ F., BASTIEN R., BORG J., BRADLEY J. P., BRIDGES J. C., BROWNLEE D. E., BURCHELL M. J., CHI M., CINTALA M. J., DAI Z. R., DJOUADI Z., DOMINGUEZ G., ECONOMOU T. E., FAIREY S. A. J., FLOSS C., FRANCHI I. A., GRAHAM G. A., GREEN S. F., HECK P., HOPPE P., HUTH J., ISHII H., KEARSLEY A. T., KISSEL J., LEITNER J., LEROUX H., MARHAS K., MESSENGER K., SCHWANDT C. S., SEE T. H., SNEAD C., STADERMANN F. J. I., STEPHAN T., STROUD R., TESLICH N., TRIGO-RODRIGUEZ J. M., TUZZOLINO A. J., TROADEC D., TSOU P., WARREN J., WESTPHAL A., WOZNIAKIEWICZ P., WRIGHT I., & ZINNER E. Impact Features on Stardust : Implications for Comet 81P/Wild 2 Dust. *Science*, **314**(5806) : 1716–1719, 2006.
- HÖRZ F., CINTALA M. J., SEE T. H., & NAKAMURA-MESSENGER K. Impact experiments with Al₂O₃ projectiles into aerogel. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **39**, abstract 1446, 2008.

- HÖRZ F., CINTALA M. J., SEE T. H., & NAKAMURA-MESSENGER : K. Penetration tracks in aerogel produced by Al₂O₃ spheres. *Meteoritics and Planetary Science*, **44** : 1243–1264, 2009.
- HÖRZ F., CINTALA M. J., ZOLENSKY M. E., BERNHARD R. B., HAYNES G., SEE T. H., TSOU P., & BROWNLEE D. E. Capture of hypervelocity particles with low-density aerogel. *NASA STI/Recon Technical Report N*, **98** : 37658, 1998.
- HÖRZ F., ZOLENSKY M. E., BERNHARD R. P., SEE T. H., & WARREN J. L. Impact Features and Projectile Residues in Aerogel Exposed on Mir. *Icarus*, **147** : 559–579, 2000.
- HUEBNER J. S. *Pyroxenes*, chapitre Pyroxene phase at low pressure, abstract 213–288. Reviews in Mineralogy, vol. 7. Washington, D. C. : Mineralogical Society of America, 1980.
- HUEBNER J. S. & TURNOCK A. C. The melting relations at 1 bar of pyroxenes composed largely of ca-, mg- and fe-bearing components. *American Mineralogist*, **65** : 225–271, 1980.
- ISHII H. A., BRADLEY J. P., DAI Z. R., CHI M. F., KEARSLEY A. T., BURCHELL M. J., BROWNING N. D., & MOLSTER F. Comparison of comet 81P/Wild 2 dust with interplanetary dust from comets. *Science*, **319**(5862) : 447–450, 2008a.
- ISHII H. A., BRENNAN S., BRADLEY J. P., LUENING K., IGNATYEV K., & PIANETTA P. Recovering the elemental composition of comet wild 2 dust in five stardust impact tracks and terminal particles in aerogel. *Meteoritics and Planetary Science*, **43** : 215–231, 2008b.
- ISHII H. A., GRAHAM G. A., KEARSLEY A. T., GRANT P. G., SNEAD C. J., & BRADLEY J. P. Rapid extraction of dust impact tracks from silica aerogel by ultrasonic microblades. *Meteoritics and Planetary Science*, **40** : 1741–1747, 2005.
- JÄGER C., DORSCHNER J., MUTSCHKE H., POSCH T., & HENNING T. Steps toward interstellar silicate mineralogy. vii. spectral properties and crystallization behaviour of magnesium silicates produced by the sol-gel method. *Astronomy and Astrophysics*, **408** : 193–204, 2003a.
- JÄGER C., FABIAN D., SCHREMPEL F., DORSCHNER J., HENNING T., & WESCH W. Structural processing of enstatite by ion bombardment. *Astronomy and Astrophysics*, **401** : 57–65, 2003b.
- JÄGER C., MOLSTER F. J., DORSCHNER J., HENNING T., MUTSCHKE H., & WATERS L. B. F. M. Steps toward interstellar silicate mineralogy. iv. the crystalline revolution. *Astronomy and Astrophysics*, **339** : 904–916, 1998.
- JANTZEN C. M. On spinodal decomposition in fe-free pyroxenes. *American Mineralogist*, **69** : 277–282, 1984.
- JEDWAB J. Structures framboïdales dans la météorite d'orgueil. *Comptes Rendus de l'académie des sciences de Paris*, **261** : 440–444, 1965.
- JEDWAB J. La magnétite en plaquettes des météorites carbonées d'alais, ivuna et orgueil. *Earth and Planetary Science Letters*, **2** : 440, 1967.

- JEDWAB J. Variations morphologiques de la magnétite dans les météorites carbonées, d'alais, ivuna et orgueil. *Origins and Distribution of the Elements (LH Ahrens ed) Pergamon*, abstract 467–476, 1968.
- JEDWAB J. La magnétite de la météorite d'orgueil vue au microscope électronique à balayage. *Icarus*, **15** : 319, 1971.
- JESSBERGER E. K., CHRISTOFORIDIS A., & KISSEL J. Aspects of the major element composition of halley's dust. *Nature*, **332** : 691–695, 1988.
- JONES A. P. Depletion patterns and dust evolution in the interstellar medium. *Journal of Geophysical Research*, **105** : 10257–10268, 2000.
- JONES A. P., TIELENS A. G. G. M., & HOLLENBACH D. J. Grain shattering in shocks : The interstellar grain size distribution. *The Astrophysical Journal*, **469** : 740, 1996.
- JONES A. P., TIELENS A. G. G. M., HOLLENBACH D. J., & MCKEE C. F. Grain destruction in shocks in the interstellar medium. *The Astrophysical Journal*, **433** : 797–810, 1994.
- JONES A. Dust Destruction Processes. *Astronomical Society of the Pacific Conference Series*, **309** : 347–367, 2004.
- JOSWIAK D. J., BROWNLEE D. E., MATRAJT G., WESTPHAL A. J., & SNEAD C. J. Kosmo-chloric Ca-rich pyroxenes and FeO-rich olivines (Kool grains) and associated phases in Stardust tracks and chondritic porous interplanetary dust particles : Possible precursors to FeO-rich type II chondrules in ordinary chondrites. *Meteoritics & Planetary Science*, **44** : 1561–1588, 2009.
- JOSWIAK D. J., MATRAJT G., BROWNLEE D. E., WESTPHAL A. J., & SNEAD C. J. A roedderite-bearing terminal particle from stardust track 56 : Comparison with rare peralkaline chondrules in ordinary chondrites. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **38**, abstract 2142, 2007.
- KADONO T. Hypervelocity impact into low density material and cometary outburst. *Planetary and Space Science*, **47** : 305–318, 1999.
- KEARSLEY A. T., BORG J., GRAHAM G. A., BURCHELL M. J., COLE M. J., LEROUX H., BRIDGES J. C., HÖRZ F., WOZNIAKIEWICZ P. J., BLAND P. A., BRADLEY J. P., DAI Z. R., TESLICH N., SEE T., HOPPE P., HECK P. R., HUTH J., STADERMANN F. J., FLOSS C., MARHAS K., STEPHAN T., & LEITNER J. Dust from comet wild 2 : Interpreting particle size, shape, structure, and composition from impact features on the stardust aluminum foils. *Meteoritics and Planetary Science*, **43** : 41–73, 2008.
- KEARSLEY A. T., BURCHELL M. J., HÖRZ F., COLE M. J., & SCHWANDT C. S. Laboratory simulation of impacts on aluminum foils of the stardust spacecraft : Calibration of dust particle size from comet wild-2. *Meteoritics and Planetary Science*, **41** : 167–180, 2006.
- KEARSLEY A. T., BURCHELL M. J., PRICE M. C., GRAHAM G. A., WOZNIAKIEWICZ P. J., COLE M. J., FOSTER N. J., & TESLICH N. Interpretation of wild 2 dust fine structure :

- Comparison of stardust aluminum foil craters to the three-dimensional shape of experimental impacts by artificial aggregate particles and meteorite powders. *Meteoritics and Planetary Science*, **44** : 1489–1509, 2009.
- KEARSLEY A. T., GRAHAM G. A., BURCHELL M. J., COLE M. J., DAI Z. R., TESLICH N., BRADLEY J. P., CHATER R., WOZNAKIEWICZ P. A., SPRATT J., & JONES G. Analytical scanning and transmission electron microscopy of laboratory impacts on stardust aluminum foils : Interpreting impact crater morphology and the composition of impact residues. *Meteoritics and Planetary Science*, **42** : 191–210, 2007.
- KELLER C. & GAIL H.-P. Radial mixing in protoplanetary accretion disks. vi. mixing by large-scale radial flows. *Astronomy and Astrophysics*, **415** : 1177–1185, 2004.
- KELLER L. P. & MESSENGER S. On the origin of gems. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **35**, abstract 1985, 2004.
- KELLER L. P. & MESSENGER S. The nature and origin of interplanetary dust : High-temperature components. *Chondrites and the Protoplanetary Disk*, volume **341**, abstract 657, 2005.
- KELLER L. P., THOMAS K. L., & MCKAY D. S. Carbon in primitive interplanetary dust particles. *Analysis of Interplanetary Dust Particles*, volume **310**, abstract 159, 1994a.
- KELLER L. P., THOMAS K. L., & MCKAY D. S. The nature of carbon-bearing phases in hydrated interplanetary dust particles. *Meteoritics*, **29** : 480–481, 1994b.
- KELLER L. P., BAJT S., BARATTA G. A., BORG J., BRADLEY J. P., BROWNLEE D. E., BUSEMANN H., BRUCATO J. R., BURCHELL M., COLANGELI L., D’HENDECOURT L., DJOUADI Z., FERRINI G., FLYNN G., FRANCHI I. A., FRIES M., GRADY M. M., GRAHAM G. A., GROSSEMY F., KEARSLEY A., MATRAJT G., NAKAMURA-MESSENGER K., MENNELLA V., NITTLER L., PALUMBO M. E., STADERMANN F. J., TSOU P., ROTUNDI A., SANDFORD S. A., SNEAD C., STEELE A., WOODEN D., & ZOLENSKY M. Infrared spectroscopy of comet 81p/wild 2 samples returned by stardust. *Science*, **314** : 1728–, 2006.
- KELLER L. P., MESSENGER S., & BRADLEY J. P. Analysis of a deuterium-rich interplanetary dust particle (idp) and implications for presolar material in idps. *Journal of Geophysical Research*, **105** : 10397–10402, 2000.
- KELLER L. P., THOMAS K. L., & MCKAY D. S. An interplanetary dust particle with links to ci chondrites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **56** : 1409–1412, 1992.
- KEMPER F., VRIEND W. J., & TIELENS A. G. G. M. The Absence of Crystalline Silicates in the Diffuse Interstellar Medium. *Astrophysical Journal*, **609** : 826–837, 2004.
- KEMPER F., VRIEND W. J., & TIELENS A. G. G. M. Erratum : The Absence of Crystalline Silicates in the Diffuse Interstellar Medium. *Astrophysical Journal*, **633** : 534–534, 2005.

- KEMPER F., WATERS L. B. F. M., DE KOTER A., & TIELENS A. G. G. M. Crystallinity versus mass-loss rate in asymptotic giant branch stars. *Astronomy and Astrophysics*, **369** : 132–141, 2001.
- KERRIDGE J. F. Some observations on the nature of magnetite in the orgueil meteorite. *Earth and Planetary Science Letters*, **9** : 299–306, 1970.
- KERRIDGE J. F., MACKAY A. L., & BOYNTON W. V. Magnetite in ci carbonaceous meteorites - origin by aqueous activity on a planetesimal surface. *Science*, **205** : 395–397, 1979.
- KIRBY S. & KRONENBERG A. Deformation of clinopyroxenite : evidence for a transition in flow mechanisms and semibrittle behavior. *Journal of Geophysical Research*, **89** : 3177–3192, 1984.
- KIRBY S. H. & CHRISTIE J. M. Mechanical twinning in diopside $\text{Ca}(\text{Mg,Fe})\text{Si}_2\text{O}_6$: structural mechanisms and associated crystal defects. *Phys Chem Miner*, **1** : 137–163, 1977.
- KIRK R., DUXBURY T., HÖRZ F., BROWNLEE D., NEWBURN R., TSOU P., & TEAM T. S. Topography of the 81p/wild 2 nucleus derived from stardust stereoimages. *36th Annual Lunar and Planetary Science Conference*, **36** : abstract 2244, 2005.
- KISSEL J. In situ measurements of evolved solids in space with emphasis on cometary particles. *NATO ASIC Proc. 523 : Formation and Evolution of Solids in Space*, abstract 427, 1999.
- KISSEL J., KRUEGER F. R., SILÉN J., & CLARK B. C. The cometary and interstellar dust analyzer at comet 81p/wild 2. *Science*, **304** : 1774–1776, 2004.
- KITAMURA M., YASUDA M., WATANABE S., & MORIMOTO N. Cooling history of pyroxene chondrules in the Yamato-74191 chondrite (L3)—an electron microscopic study. *Earth and Planetary Science Letters*, **63**(2) : 189–201, 1983.
- KRÓLIKOWSKA M. & SZUTOWICZ S. Non-gravitational motion of the jupiter-family comet 81p/wild 2. i. the dynamical evolution. *Astronomy and Astrophysics*, **448** : 401–409, 2006.
- KROT A. N., MEIBOM A., WEISBERG M. K., & KEIL K. Invited review : The cr chondrite clan : Implications for early solar system processes. *Meteoritics and Planetary Science*, **37** : 1451–1490, 2002.
- KRUEGEL E. & SIEBENMORGEN R. Dust in protostellar cores and stellar disks. *Astronomy and Astrophysics*, **288** : 929–941, 1994.
- LADA E. A., STROM K. M., & MYERS P. C. Environments of star formation - Relationship between molecular clouds, dense cores and young stars *Protostars and Planets III*. LEVY E. H. & LUNINE J. I., Eds, abstract 245–277, 1993.
- LALLY J. S., HEUER A. H., NORD G. L. J., & CHRISTIE J. M. Subsolidus reactions in lunar pyroxenes : An electron petrographic study. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **51** : 263–281, 1975.

- LANGENHORST F., JOREAU P., & DOUKHAN J. C. Thermal and Shock Metamorphism of the Tenham Chondrite - a Tem Examination. *Geochimica Et Cosmochimica Acta*, **59**(9) : 1835–1845, 1995.
- LANZIROTTI A., SUTTON S. R., FLYNN G. J., NEWVILLE M., & RAO W. Chemical composition and heterogeneity of wild 2 cometary particles determined by synchrotron x-ray fluorescence. *Meteoritics and Planetary Science*, **43** : 187–213, 2008.
- LATTIMER J. M. & GROSSMAN L. Chemical condensation sequences in supernova ejecta. *Moon and Planets*, **19** : 169–184, 1978.
- LATTIMER J. M., SCHRAMM D. N., & GROSSMAN L. Condensation in supernova ejecta and isotopic anomalies in meteorites. *Astrophysical Journal*, **219** : 230–249, 1978.
- LEROUX H. Microstructural shock signatures of major minerals in meteorites. *European Journal of Mineralogy*, **13**(2) : 253–272, 2001.
- LEROUX H., DOUKHAN J. C., & LANGENHORST F. Microstructural Defects in Experimentally Shocked Diopside - a Tem Characterization. *Physics and Chemistry of Minerals*, **20**(8) : 521–530, 1994.
- LEROUX H., KEARSLEY A. T., & TROADEC D. Mineralogy of wild 2 residues in micron-sized craters from the stardust al-foils. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **41**, abstract 1621, 2010.
- LEROUX H., LIBOUREL G., LEMELLE L., & GUYOT F. Experimental study and tem characterization of dusty olivines in chondrites : Evidence for formation by in-situ reduction. *Meteoritics and Planetary Science*, **38** : 81–94, 2003.
- LEROUX H., RIETMEIJER F. J. M., VELBEL M. A., BREARLEY A. J., JACOB D., LANGENHORST F., BRIDGES J. C., ZEGA T. J., STROUD R. M., CORDIER P., HARVEY R. P., LEE M., GOUNELLE M., & ZOLENSKY M. E. A TEM study of thermally modified comet 81P/Wild 2 dust particles by interactions with the aerogel matrix during the Stardust capture process. *Meteoritics & Planetary Science*, **43**(1-2) : 97–120, 2008a.
- LEROUX H., ROSKOSZ M., & JACOB D. Oxidation state of iron and extensive redistribution of sulfur in thermally modified Stardust particles. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **73**(3) : 767–777, 2009.
- LEROUX H., STROUD R. M., DAI Z. R., GRAHAM G. A., TROADEC D., BRADLEY J. P., TESLICH N., BORG J., KEARSLEY A. T., & HÖRZ F. Transmission electron microscopy of cometary residues from micron-sized craters in the stardust al foils. *Meteoritics and Planetary Science*, **43** : 143–160, 2008b.
- LEROUX H., DEVOUARD B., CORDIER P., GUYOT F., & OIS . Pyroxene microstructure in the Northwest Africa 856 martian meteorite. *Meteoritics & Planetary Science*, - **39**(5) : 711– 722, 2004.

- LEROUX H., DOUKHAN J.-C., & GUYOT F. An aem investigation of opaque inclusions in some type 6 ordinary chondrites. *Meteoritics and Planetary Science*, **31** : 767–776, 1996.
- LEVY E. H. & LUNINE J. I. Protostars and planets III. *University of Arizona Press*, abstract 1596, 1993.
- LISSE C. M., VANCLEVE J., ADAMS A. C., A'HEARN M. F., FERNÁNDEZ Y. R., FARNHAM T. L., ARMUS L., GRILLMAIR C. J., INGALLS J., BELTON M. J. S., GROUSSIN O., MCFADDEN L. A., MEECH K. J., SCHULTZ P. H., CLARK B. C., FEAGA L. M., & SUNSHINE J. M. Spitzer spectral observations of the deep impact ejecta. *Science*, **313** : 635–640, 2006.
- LODDERS K. Solar System Abundances and Condensation Temperatures of the Elements. *Astrophysical Journal*, **591** : 1220–1247, 2003.
- LOVE S. G. & BROWNLEE D. E. Heating and thermal transformation of micrometeoroids entering the earth's atmosphere. *Icarus*, **89** : 26–43, 1991.
- LOVE S. G. & BROWNLEE D. E. Peak atmospheric entry temperature of micrometeorites. *Meteoritics*, **29** : 69–70, 1994.
- MACPHERSON G. J., WARK D. A., & ARMSTRONG J. T. Primitive material surviving in chondrites - refractory inclusions. *Meteorites and the Early Solar System*, abstract 746–807. 1988.
- MALFAIT K., WAELKENS C., WATERS L. B. F. M., VANDENBUSSCHE B., HUYGEN E., & GRAAUW M. S.D. The spectrum of the young star hd 100546 observed with the infrared space observatory. *Astronomy and Astrophysics*, **332** : L25–L28, 1998.
- MANHÈS G., GÖPEL C., & ALLÈGRE C. J. Systématique u-pb dans les inclusions réfractaires d'allende : le plus vieux matériau solaire. *1988 Journées de Planétologie*, abstract 323–326, 1988.
- MATRAJT G. & BROWNLEE D. E. Acrylic embedding of stardust particles encased in aerogel. *Meteoritics and Planetary Science*, **41** : 1715–1720, 2006.
- MAURETTE M., JEHANNO C., ROBIN E., & HAMMER C. Characteristics and mass distribution of extraterrestrial dust from the greenland ice cap. *Nature*, **328** : 699–702, 1987.
- McBIRNEY A. R. The skaergaard layered series : I. structure and average compositions. *Journal of Petrology*, **30** : 363–397, 1989.
- MCCALLISTER R. H. The coarsening kinetics associated with exsolution in an iron-free clinopyroxene. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **65** : 327–331, 1978.
- MCCALLISTER R. H. & NORD G. L. J. Subcalcic diopsides from kimberlites : Chemistry, exsolution microstructures, and thermal history. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, **78** : 118–125, 1981.

- McCALLISTER R. H. & YUND R. A. Coherent exsolution in Fe-free pyroxenes. *American Mineralogist*, **62** : 721–726, 1977.
- McKEEGAN K. D., ALÉON J., BRADLEY J., BROWNLEE D., BUSEMANN H., BUTTERWORTH A., CHAUSSIDON M., FALLON S., FLOSS C., GILMOUR J., GOUNELLE M., GRAHAM G., GUAN Y., HECK P. R., HOPPE P., HUTCHEON I. D., HUTH J., ISHII H., ITO M., JACOBSEN S. B., KEARSLEY A., LESHIN L. A., LIU M.-C., LYON I., MARHAS K., MARTY B., MATRAJT G., MEIBOM A., MESSENGER S., MOSTEFAOUI S., MUKHOPADHYAY S., NAKAMURA-MESSENGER K., NITTLER L., PALMA R., PEPIN R. O., PAPANASTASSIOU D. A., ROBERT F., SCHLUTTER D., SNEAD C. J., STADERMANN F. J., STROUD R., TSOU P., WESTPHAL A., YOUNG E. D., ZIEGLER K., ZIMMERMANN L., & ZINNER E. Isotopic compositions of cometary matter returned by stardust. *Science*, **314** : 1724–, 2006.
- McSWEEN H. Y. J. Fiery drops. (book reviews : Chondrules and the protoplanetary disk.). *Science*, **274** : 935–936, 1996.
- McSWEEN H. Y. J. & RICHARDSON S. M. The composition of carbonaceous chondrite matrix. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **41** : 1145–1161, 1977.
- MESSENGER S., KELLER L. P., STADERMANN F. J., WALKER R. M., & ZINNER E. Samples of Stars Beyond the Solar System : Silicate Grains in Interplanetary Dust. *Science*, **300** : 105–108, 2003.
- MIN M., HOVENIER J. W., KOTER A. D., WATERS L. B. F. M., & DOMINIK C. The composition and size distribution of the dust in the coma of comet Hale Bopp. *Icarus*, **179** : 158–173, 2005.
- MIYAKE K. & NAKAGAWA Y. Dust particle settling in passive disks around T Tauri stars : Models and IRAS observations. *Astrophysical Journal*, **441** : 361–384, 1995.
- MOLSTER F. J., WATERS L. B. F. M., TRAMS N. R., VAN WINCKEL H., DECIN L., VAN LOON J. T., JÄGER C., HENNING T., KÄUFL H.-U., DE KOTER A., & BOUWMAN J. The composition and nature of the dust shell surrounding the binary AFGL 4106. *Astronomy and Astrophysics*, **350** : 163–180, 1999.
- MORBIDELLI A. Solar system : Portrait of a suburban family. *Nature*, **446** : 273–274, 2007.
- MORBIDELLI A. & LEVISON H. F. Planetary science Kuiper-belt interlopers. *Nature*, **422** : 30–31, 2003.
- MORETTI R. & OTTONELLO G. Solubility and speciation of sulfur in silicate melts : The conjugated Toop-Samis-Flood-Grjotheim (CTSFG) model. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **69** : 801–823, 2005.
- MOUSIS O., PETIT J.-M., WURM G., KRAUSS O., ALIBERT Y., & HORNER J. Photophoretic transport as a carrier of hot minerals found in comet 81 P/Wild 2. *Proceedings of the Annual meeting of the French Society of Astronomy and Astrophysics held in Grenoble*, abstract 416, 2007.

- MÜLLER W. F., WEINBRUCH S., WALTER R., & MÜLLER-BENEKE G. Transmission electron microscopy of chondrule minerals in the allende meteorite : constraints on the thermal and deformational history of granular olivine-pyroxene chondrules. *Planetary and Space Science*, **43** : 469–483, 1994.
- MÜLLER W. F. Thermal and deformation history of the shergotty meteorite deduced from clinopyroxene microstructure. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **57** : 4311–4322, 1993.
- NAGAHARA H. Matrices of type 3 ordinary chondrites - primitive nebular records. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **48** : 2581–2595, 1984.
- NAGASHIMA K., KROT A. N., & YURIMOTO H. Stardust silicates from primitive meteorites. *Nature*, **428** : 921–924, 2004.
- NAKAMURA T., NOGUCHI T., TSUCHIYAMA A., USHIKUBO T., KITA N. T., VALLEY J. W., ZOLENSKY M. E., KAKAZU Y., SAKAMOTO K., MASHIO E., UESUGI K., & NAKANO T. Mineralogy, three dimensional structure, and oxygen isotope ratios of four crystalline particles from comet 81p/wild 2. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **39**, abstract 1695, 2008a.
- NAKAMURA T., NOGUCHI T., TSUCHIYAMA A., USHIKUBO T., KITA N. T., VALLEY J. W., ZOLENSKY M. E., KAKAZU Y., SAKAMOTO K., MASHIO E., UESUGI K., & NAKANO T. Chondrulelike objects in short-period comet 81p/wild 2. *Science*, **321** : 1664–, 2008b.
- NASLUND H. R. Petrology of the upper border series of the skaergaard intrusion. *Journal of Petrology*, **25** : 185–212, 1984.
- NEWBURN R. L., BHASKARAN S., DUXBURY T. C., FRASCHETTI G., RADEY T., & SCHWUCHERT M. Stardust imaging camera. *Journal of Geophysical Research*, **108** : 8116, 2003.
- NGUYEN A. N. & ZINNER E. Survey of presolar silicates in primitive chondrites. *Meteoritics and Planetary Science Supplement*, **39** : 5158, 2004a.
- NGUYEN A. N. & ZINNER E. Discovery of ancient silicate stardust in a meteorite. *Science*, **303** : 1496–1499, 2004b.
- NOGUCHI T., KITAZAWA Y., NEISH M., YAMAGATA I., KIMOTO Y., ISHIZAWA J., SUZUKI M., FUJIWARA A., YAMAURA Y., & YAMANE S. Passive measurement of dust particles on the iss (mpac) : Fourth report on aerogel dust collectors. *36th COSPAR Scientific Assembly*, volume **36**, abstract 2258, 2006.
- NOGUCHI T., NAKAMURA T., OKUDAIRA K., YANO H., SUGITA S., & BURCHELL M. J. Thermal alteration of hydrated minerals during hypervelocity capture to silica aerogel at the flyby speed of Stardust. *Meteoritics & Planetary Science*, **42**(3) : 357–372, 2007.
- NOGUCHI T., NAKAMURA T., & NOZAKI W. Mineralogy of phyllosilicate-rich micrometeorites and comparison with tagish lake and sayama meteorites. *Earth and Planetary Science Letters*, **202** : 229–246, 2002.

- NUTH J. A. How were the comets made? *American Scientist*, **89** : 228, 2001.
- NUTH J. A., BREARLEY A. J., & SCOTT E. R. D. Microcrystals and amorphous material in comets and primitive meteorites : Keys to understanding processes in the early solar system. *Chondrites and the Protoplanetary Disk*, volume **341**, abstract 675, 2005.
- NUTH J. A., RIETMEIJER F. J. M., & HILL H. G. M. Condensation processes in astrophysical environments : The composition and structure of cometary grains. *Meteoritics and Planetary Science*, **37** : 1579–1590, 2002.
- OGLIORE R. C., WESTPHAL A. J., GAINSFORTH Z., BUTTERWORTH A. L., FAKRA S. C., & MARCUS M. A. Nebular mixing constrained by the Stardust samples. *Meteoritics & Planetary Science*, **44**(10) : 1675–1681, 2009.
- OKUDAIRA K., NOGUCHI T., NAKAMURA T., SUGITA S., SEKINE Y., & YANO H. Evaluation of mineralogical alteration of micrometeoroid analog materials captured in aerogel. *Advances in Space Research*, **34** : 2299–2304, 2004.
- OKUDAIRA K., YANO H., NOGUCHI T., NAKAMURA T., BURCHELL M. J., & COLE M. J. Are They Really Intact? – Evaluation of Captured Micrometeoroid Analogs by Aerogel at the Flyby Speed of Stardust. *36th Annual Lunar and Planetary Science Conference*, abstract 1832, 2005.
- OSSENKOPF V. & HENNING T. Dust opacities for protostellar cores. *Astronomy and Astrophysics*, **291** : 943–959, 1994.
- PAPIKE J. J. & CAMERON M. Crystal Chemistry of Silicate Minerals of Geophysical Interest. *Reviews of Geophysics*, **14** : 37, 1976.
- PEACHEY L. D. Thin sections. i. a study of section thickness and physical distortion produced during microtomy. *Journal of Biophysical and Biochemical Cytology*, **4** : 233–242, 1958.
- POIRIER J. On the slip systems of olivine. *Journal of Geophysical Research*, **80** : 4059–4061, 1975.
- POLLACK J. B., HOLLENBACH D., BECKWITH S., SIMONELLI D. P., ROUSH T., & FONG W. Composition and radiative properties of grains in molecular clouds and accretion disks. *Astrophysical Journal*, **421** : 615–639, 1994.
- RALEIGH J., C. T. Mechanical twinning in naturally and experimentally deformed diopside. *American Journal of Science*, **265** : 151–165, 1967.
- REINHARD R. The giotto encounter with comet halley. *Nature*, **321** : 313–318, 1986.
- RIETMEIJER F. J. M. Principal components - Petrology and chemistry of polyphase units in chondritic porous interplanetary dust particles. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **28**, abstract 1173, 1997.
- RIETMEIJER F. J. M. Interplanetary dust particles. *Mineralogical Society of America, Washington D. C.*, **19** : 2.1–2.95, 1998.

- RIETMEIJER F. J. M., HALLENBECK S. L., NUTH J. A., & KARNER J. M. Amorphous magnesian silicate smokes annealed in vacuum : The evolution of magnesium silicates in circumstellar and cometary dust. *Icarus*, **156** : 269–286, 2002.
- ROSKOSZ M., GILLOT J., CAPET F., ROUSSEL P., & LEROUX H. Surface temperature of protoplanetary disks probed by annealing experiments reflecting spitzer observations. *Astrophysical Journal*, **707** : L174–L178, 2009.
- ROSKOSZ M., LEROUX H., & WATSON H. C. Thermal history, partial preservation and sampling bias recorded by Stardust cometary grains during their capture. *Earth and Planetary Science Letters*, **273**(1-2) : 195–202, 2008.
- RUBIN A. E. & WASSON J. T. Chondrules and matrix in the ornans CO₃ meteorite - possible precursor components. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **52** : 425–432, 1988.
- SAFRONOV V. S. & ZVJAGINA E. V. Relative Sizes of the Largest Bodies during the Accumulation of Planets. *Icarus*, **10** : 109, 1969.
- SAGDEEV R. Z., BLAMONT J., GALEEV A. A., MOROZ V. I., SHAPIRO V. D., SHEVCHENKO V. I., & SZEGŐ K. Vega spacecraft encounters with comet halley. *Nature*, **321** : 259–262, 1986.
- SALPETER E. Formation and destruction of dust grains. *Annual Review of Astronomy and Astrophysics*, **15** : 267–293, 1977.
- SANDFORD S. A. The collection and analysis of extraterrestrial dust particles. *Fundamentals of Cosmic Physics*, **12** : 1–73, 1987.
- SANDFORD S. A. & WALKER R. M. Laboratory infrared transmission spectra of individual interplanetary dust particles from 2.5 to 25 microns. *The Astrophysical Journal*, **291** : 838–851, 1985.
- SARGENT B. A., FORREST W. J., TAYRIEN C., MCCLURE M. K., LI A., BASU A. R., MANOJ P., WATSON D. M., BOHAC C. J., FURLAN E., KIM K. H., GREEN J. D., & SLOAN G. C. Silica in protoplanetary disks. *The Astrophysical Journal*, **690** : 1193–1207, 2009a.
- SARGENT B. A., FORREST W. J., TAYRIEN C., MCCLURE M. K., WATSON D. M., SLOAN G. C., LI A., MANOJ P., BOHAC C. J., FURLAN E., KIM K. H., & GREEN J. D. Dust processing and grain growth in protoplanetary disks in the taurus-auriga star-forming region. *The Astrophysical Journal Supplement Series*, **182** : 477–508, 2009b.
- SCHMITZ S. & BRENKER F. Microstructural indications for protoenstatite precursor of cometary MgSiO₃ pyroxene : A further high temperature component of comet wild 2. *The Astrophysical Journal*, **681** : 105–108, 2008.
- SCHULZE H., KISSEL J., & JESSBERGER E. K. Chemistry and mineralogy of comet halley's dust. *From Stardust to Planetesimals*, volume **122**, abstract 397, 1997.

- SCHWARTZ J. M. & MCCALLUM I. S. Comparative study of equilibrated and unequilibrated eucrites : Subsolidus thermal histories of haraiya and pasamonte. *American Mineralogist*, **90** : 1871–1886, 2005.
- SCOTT E. R. D. A new kind of primitive chondrite, allan hills 85085. *Earth and Planetary Science Letters*, **91** : 1–18, 1988.
- SCOTT E. R. D. & KROT A. N. Thermal Processing of Silicate Dust in the Solar Nebula : Clues from Primitive Chondrite Matrices. *Astrophysical Journal*, **623** : 571–578, 2005.
- SCOTT E. R. D., LOVE S. G., & KROT A. N. Formation of chondrules and chondrites in the protoplanetary nebula. *Chondrules and the Protoplanetary Disk*, abstract 87–96, 1996.
- SEARS D. W., GROSSMAN J. N., MELCHER C. L., ROSS L. M., & MILLS A. A. Measuring metamorphic history of unequilibrated ordinary chondrites. *Nature*, **287** : 791–795, 1980.
- SEDLMAYR E. Dust condensation in stellar outflows. *Interstellar Dust*, volume **135**, abstract 467, 1989.
- SEKANINA Z., BROWNLEE D. E., ECONOMOU T. E., TUZZOLINO A. J., & GREEN S. F. Modeling the nucleus and jets of comet 81p/wild 2 based on the stardust encounter data. *Science*, **304** : 1769–1774, 2004.
- SHARYGIN V. V., SOKOL E. V., & VAPNIK Y. Minerals of the pseudobinary perovskite-brownmillerite series from combustion metamorphic larnite rocks of the hatrurim formation (israel). *Russian Geology and Geophysics*, **49** : 709–726, 2008.
- SHIMOBAYASHI N., MIURA E., & MIYAKE A. Molecular dynamics simulation of high-pressure clinoenstatite. *Proceedings of the Japan Academy Series B-Physical and Biological Sciences*, **74** (6) : 105–109, 1998.
- SHU F. H., SHANG H., GLASSGOLD A. E., & LEE T. X-rays and fluctuating x-winds from protostars. *Science*, **277** : 1475–1479, 1997.
- SHU F. H., SHANG H., & LEE T. Toward an astrophysical theory of chondrites. *Science*, **271** : 1545–1552, 1996.
- SIMON S. B., JOSWIAK D. J., ISHII H. A., BRADLEY J. P., CHI M., GROSSMAN L., ALÉON J., BROWNLEE D. E., FALLON S., HUTCHEON I. D., MATRAJT G., & MCKEEGAN K. D. A refractory inclusion returned by stardust from comet 81p/wild 2. *Meteoritics and Planetary Science*, **43** : 1861–1877, 2008.
- SINKLER W. & MARKS L. Characteristics of precession electron diffraction intensities from dynamical simulations. *eitschrift Fur Kristallographie*, **225(2-3)** : 47–55, 2010.
- SKROTZKI W. Defect structure and deformation mechanisms in naturally deformed augite and enstatite. *Technophysics*, **229** : 43–68, 1994.

- SMITH J. V. The crustal structure of proto-enstatite, mgsio_3. *Acta Crystallography*, **12** : 515–519, 1959.
- SMYTH J. R. Experimental study on the polymorphism of enstatite. *American Mineralogist*, **59** : 345–352, 1974.
- SPENCER M. K. & ZARE R. N. Comment on « organics captured from comet 81p/wild 2 by the stardust spacecraft ». *Science*, **317** : 1680, 2007.
- STADERMANN F. J. & FLOSS C. Abundance of Presolar Grains in Comet Wild 2 and Implications for Transport and Mixing in the Solar Nebula. *Lunar and Planetary Institute Conference Abstracts*, abstract 1889, 2008.
- STEPHAN T., ROST D., VICENZI E. P., BULLOCK E. S., MACPHERSON G. J., WESTPHAL A. J., SNEAD C. J., FLYNN G. J., SANDFORD S. A., & ZOLENSKY M. E. Tof-sims analysis of cometary matter in stardust aerogel tracks. *Meteoritics and Planetary Science*, **43** : 233–246, 2008.
- STERN S. A. & WEISSMAN P. R. Rapid collisional evolution of comets during the formation of the oort cloud. *Nature*, **409** : 589–591, 2001.
- SUGITA S., OOTSUBO T., KADONO T., HONDA M., SAKO S., MIYATA T., SAKON I., YAMASHITA T., KAWAKITA H., FUJIWARA H., FUJIYOSHI T., TAKATO N., FUSE T., WATANABE J., FURUSHO R., HASEGAWA S., KASUGA T., SEKIGUCHI T., KINOSHITA D., MEECH K. J., WOODEN D. H., IP W. H., & A'HEARN M. F. Subaru telescope observations of deep impact. *Science*, **310** : 274–278, 2005.
- SYLVESTER R. J., KEMPER F., BARLOW M. J., JONG T.D., WATERS L. B. F. M., TIELENS A. G. G. M., & OMONT A. 2.4–197 μ m spectroscopy of oh/ir stars : the ir characteristics of circumstellar dust in o-rich environments. *Astronomy and Astrophysics*, **352** : 587–599, 1999.
- TAKEDA H., MIYAMOTO M., ISHII T., & LOFGREN G. E. Relative cooling rates of mare basalts at the Apollo 12 and 15 sites as estimated from pyroxene exsolution data. *Lunar and Planetary Science Conference Proceedings*, abstract 987–996, 1975.
- THOMPSON S. P., FONTI S., VERRIENTI C., BLANCO A., OROFINO V., & TANG C. C. Crystalline comet dust : Laboratory experiments on a simple silicate system. *Meteoritics and Planetary Science*, **38** : 457–478, 2003.
- TIELENS A. G. G. M., MCKEE C. F., SEAB C. G., & HOLLENBACH D. J. The physics of grain-grain collisions and gas-grain sputtering in interstellar shocks. *The Astrophysical Journal*, **431** : 321–340, 1994.
- TOMEOKA K., TOMIOKA N., & OHNISHI I. Silicate minerals and Si-O glass in comet Wild 2 samples : Transmission electron microscopy. *Meteoritics & Planetary Science*, **43**(1-2) : 273–284, 2008.

- TOPPANI A. *Condensation expérimentale de gaz silicatés : application à la formation des premiers minéraux du système solaire et des poussières interstellaires*. Thèse de doctorat, Muséum National d'Histoire Naturelle, 2004.
- TOPPANI A., ROBERT F., LIBOUREL G., DE DONATO P., BARRÈS O., D'HENDECOURT L., & GHANBAJA J. Experimental Condensation of Silicate Gases : Application to the Formation of Dust in Circumstellar Environments. *Lunar and Planetary Institute Contributions*, **1280** : 152–153, 2005.
- TOPPANI A., LIBOUREL G., ROBERT F., & GHANBAJA J. Laboratory condensation of refractory dust in protosolar and circumstellar conditions. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **70** : 5035–5060, 2006.
- TRIGO-RODRÍGUEZ J. M. & BLUM J. Tensile strength as an indicator of the degree of primitiveness of undifferentiated bodies. *Planetary and Space Science*, **57** : 243–249, 2009.
- TRIGO-RODRÍGUEZ J. M., DOMÍNGUEZ G., BURCHELL M. J., HÖRZ F., & LLORCA J. Bulbous tracks arising from hypervelocity capture in aerogel. *Meteoritics and Planetary Science*, **43** : 75–86, 2008.
- TRUCANO T. G. & GRADY D. E. Impact shock and penetration fragmentation in porous media. *International Journal of Impact Engineering*, **17** : 861–872, 1995.
- TSOU P., BROWNLEE D. E., & ALBEE A. L. Intact capture of hypervelocity particles on shuttle. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **24**, abstract 1443–1444, 1993.
- TSOU P., BROWNLEE D. E., ANDERSON J. D., BHASKARAN S., CHEUVRONT A. R., CLARK B. C., DUXBURY T., ECONOMOU T., GREEN S. F., HANNER M. S., HÖRZ F., KISSEL J., McDONNELL J. A. M., NEWBURN R. L., RYAN R. E., SANDFORD S. A., SEKANINA Z., TUZZOLINO A. J., VELLINGA J. M., & ZOLENSKY M. E. Stardust encounters comet 81p/wild 2. *Journal of Geophysical Research*, **109**, 2004.
- TSOU P., BROWNLEE D. E., LAURANCE M. R., HRUBESH L., & ALBEE A. L. Intact capture of hypervelocity micrometeoroid analogs. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **19**, abstract 1205, 1988.
- TSOU S.-P., BROWNLEE D., & ALBEE A. Experiments on intact capture of hypervelocity particles. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **15**, abstract 866–867, 1984.
- TUZZOLINO A. J., ECONOMOU T. E., CLARK B. C., TSOU P., BROWNLEE D. E., GREEN S. F., McDONNELL J. A. M., MCBRIDE N., & COLWELL M. T. S. H. Dust measurements in the coma of comet 81p/wild 2 by the dust flux monitor instrument. *Science*, **304** : 1776–1780, 2004.
- UREY H. C. & CRAIG H. The composition of the stone meteorites and the origin of the meteorites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **4** : 36–82, 1953.

- VAN BOEKEL R., MIN M., LEINERT C., WATERS L. B. F. M., RICHICHI A., CHESNEAU O., DOMINIK C., JAFFE W., DUTREY A., GRASER U., HENNING T., JONG J.D., KÖHLER R., KOTER A.D., LOPEZ B., MALBET F., MOREL S., PARESCE F., PERRIN G., PREIBISCH T., PRZYGODDA F., SCHÖLLER M., & WITTKOWSKI M. The building blocks of planets within the ‘terrestrial’ region of protoplanetary disks. *Nature*, **432** : 479–482, 2004.
- VAN BOEKEL R., MIN M., WATERS L. B. F. M., KOTER A.D., DOMINIK C., ANCKER M. E.V. D., & BOUWMAN J. A 10 μm spectroscopic survey of herbig ae star disks : Grain growth and crystallization. *Astronomy and Astrophysics*, **437** : 189–208, 2005.
- VAN CAPPELLEN E. The parameterless correction method in X-ray microanalysis. *Microscopy Microanalysis Microstructures*, **1**(1) : 1–22, 1990.
- VAN CAPPELLEN E. & DOUKHAN J. Quantitative transmission X-ray microanalysis of ionic compounds. *Ultramicroscopy*, **53**(4) : 343–349, 1994.
- SCHMUS W. R.V. & WOOD J. A. A chemical-petrologic classification for the chondritic meteorites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **31** : 747–747, 1967.
- VINCENT E. A. Ulvöspinel in the skaergaard intrusion, east greenland. *Neues Jahrb Mineral Abhandlungen*, **94** : 993–1016, 1960.
- VINCENT E. A. & PHILLIPS R. Iron-titanium oxide minerals in layered gabbros of the skaergaard intrusion, east greenland : Part i. chemistry and ore-microscopy. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **6** : 1–4, 1954.
- VINCENT R. & MIDGLEY P. A. Double conical beam-rocking system for measurement of integrated electron diffraction intensities. *Ultramicroscopy*, **53**(3) : 271–282, 1994.
- VINKOVIĆ D. Radiation-pressure mixing of large dust grains in protoplanetary disks. *Nature*, **459** : 227–229, 2009.
- ROSENVINGE T. T.V., BRANDT J. C., & FARQUHAR R. W. The international cometary explorer mission to comet giacobini-zinner. *Science*, **232** : 353–356, 1986.
- WAELEKENS C., WATERS L. B. F. M., GRAAUW M. S.D., HUYGEN E., MALFAIT K., PLETS H., VANDENBUSSCHE B., BEINTEMA D. A., BOXHOORN D. R., HABING H. J., HERAS A. M., KESTER D. J. M., LAHUIS F., MORRIS P. W., ROELFSEMA P. R., SALAMA A., SIEBENMORGEN R., TRAMS N. R., BLIEK N. R.V. D., VALENTIJN E. A., & WESSELIUS P. R. Sws observations of young main-sequence stars with dusty circumstellar disks. *Astronomy and Astrophysics*, **315** : L245–L248, 1996.
- WARREN J. L. & ZOLENSKY M. E. Collection and curation of interplanetary dust particles recovered from the stratosphere by nasa. *Analysis of Interplanetary Dust Particles*, volume **310**, abstract 245, 1994.
- WASSON J. T. Constraints on chondrule origins. *Meteoritics*, **28** : 14–28, 1993.

- WASSON J. T. & KALLEMEYN G. W. Compositions of Chondrites. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London Series a-Mathematical Physical and Engineering Sciences*, **325** (1587) : 535–544, 1988.
- WATANABE S., KITAMURA M., & MORIMOTO N. A transmission electron microscope study of pyroxene chondrules in equilibrated L-group chondrites. *Earth and Planetary Science Letters*, **72**(1) : 87–98, 1985.
- WATERS L. B. F. M., MOLSTER F. J., JONG T.D., BEINTEMA D. A., WAELEKENS C., BOOGERT A. C. A., BOXHOORN D. R., GRAAUW T.D., DRAPATZ S., FEUCHTGRUBER H., GENZEL R., HELMICH F. P., HERAS A. M., HUYGEN R., IZUMIURA H., JUSTTANONT K., KESTER D. J. M., KUNZE D., LAHUIS F., LAMERS H. J. G. L. M., LEECH K. J., LOUP C., LUTZ D., MORRIS P. W., PRICE S. D., ROELFSEMA P. R., SALAMA A., SCHAEIDT S. G., TIELENS A. G. G. M., TRAMS N. R., VALENTIJN E. A., VANDENBUSSCHE B., ANCKER M. E.V. D., DISHOECK E. F.V., VAN WINCKEL H., WESSELIUS P. R., & YOUNG E. T. Mineralogy of oxygen-rich dust shells. *Astronomy and Astrophysics*, **315** : L361–L364, 1996.
- WEIDENSCHILLIN S. J. & CUZZI J. N. Formation of planetesimals in the solar nebula. *Protostars and Planets III*. LEVY E. H. & LUNINE J. I., Eds, abstract 245–277, 1993.
- WEINBRUCH S. & MÜLLER W. F. Constraints on the cooling rates of chondrules from the microstructure of clinopyroxene and plagioclase. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **59** : 3221–3230, 1995.
- WEINBRUCH S., MÜLLER W. F., & HEWINS R. H. A transmission electron microscope study of exsolution and coarsening in iron-bearing clinopyroxene from synthetic analogues of chondrules. *Meteoritics and Planetary Science*, **36** : 1237–1248, 2001.
- WEINBRUCH S., STYRSA V., & DIRSCH T. The size distribution of exsolution lamellae in iron-free clinopyroxene. *American Mineralogist*, **91** : 551–559, 2006.
- WEINBRUCH S., STYRSA V., & MÜLLER W. F. Exsolution and coarsening in iron-free clinopyroxene during isothermal annealing. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **67** : 5071–5082, 2003.
- WEISBERG M. K., PRINZ M., CLAYTON R. N., & MAYEDA T. K. The cr (renazzo-type) carbonaceous chondrite group and its implications. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **57** : 1567–1586, 1993.
- WEISBERG M. K., PRINZ M., CLAYTON R. N., MAYEDA T. K., GRADY M. M., FRANCHI I., PILLINGER C. T., & KALLEMEYN G. W. The k (kakangari) chondrite grouplet. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **60** : 4253–4263, 1996.
- WESTPHAL A. J., FAKRA S. C., GAINSFORTH Z., MARCUS M. A., OGLIORE R. C., & BUTTERWORTH A. L. Mixing fraction of inner solar system material in comet 81p/wild2. *The Astrophysical Journal*, **694** : 18–28, 2009.

- WESTPHAL A. J., SNEAD C., BUTTERWORTH A., GRAHAM G. A., BRADLEY J. P., BAJT S., GRANT P. G., BENCH G., BRENNAN S., & PIANETTA P. Aerogel keystones : Extraction of complete hypervelocity impact events from aerogel collectors. *Meteoritics and Planetary Science*, **39** : 1375–1386, 2004.
- WHIPPLE F. L. A comet model. i. the acceleration of comet encke. *The Astrophysical Journal*, **111** : 375–394, 1950.
- WILLIAMS D. M., MASON C. G., GEHRZ R. D., JONES T. J., WOODWARD C. E., HARKER D. E., HANNER M. S., WOODEN D. H., WITTEBORN F. C., & BUTNER H. M. Measurement of submicron grains in the coma of comet hale-bopp c/1995 01 during 1997 february 15–20 ut. *The Astrophysical Journal*, **489** : L91, 1997.
- WILLIAMS D. & CARTER C. Transmission electron microscopy a textbook for material science. *Plenum Press. New York and London.*, 1996.
- WIRICK S., LEROUX H., TOMEOKA K., ZOLENSKY M., FLYNN G. J., TYLISZCZAK T., BUTTERWORTH A., TOMIOKA N., OHNISHI I., NAKAMURA-MESSENGER K., SANDFORD S., KELLER L., & JACOBSEN C. Carbonates found in stardust aerogel tracks. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **38**, abstract 1534, 2007.
- WOGELIUS R. A. & WALTHER J. V. Olivine dissolution kinetics at near-surface conditions. *Chemical Geology*, **97** : 101–112, 1992.
- WOOD J. A. & CHANG S. The cosmic history of the biogenic elements and compounds. *NASA Special Publication*, **476** : 180, 1985.
- WOODEN D., DESCH S., HARKER D., GAIL H.-P., & KELLER L. Comet grains and implications for heating and radial mixing in the protoplanetary disk. *Protostars and Planets V*, abstract 815–833, 2007.
- WOODEN D. H., HARKER D. E., & BREARLEY A. J. Thermal processing and radial mixing of dust : Evidence from comets and primitive chondrites. *Chondrites and the Protoplanetary Disk*, volume **341**, abstract 774, 2005.
- WOODEN D. H., HARKER D. E., WOODWARD C. E., BUTNER H. M., KOIKE C., WITTEBORN F. C., & MCMURTRY C. W. Silicate mineralogy of the dust in the inner coma of comet c/1995 01 (hale-bopp) pre- and postperihelion. *The Astrophysical Journal*, **517** : 1034–1058, 1999.
- WOZNIAKIEWICZ P. J., ISHII H. A., KEARSLEY A. T., BURCHELL M. J., BRADLEY J. P., TESLICH N., & COLE M. J. Survivability of cometary phyllosilicates in stardust collections and implications for the nature of comets. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **41**, abstract 2357, 2010.
- ZANDA B. Chondrules. *Earth and Planetary Science Letters*, **224** : 1–17, 2004.

- ZANDA B., HEWINS R. H., BOUROT-DENISE M., BLAND P. A., & ALBARÈDE F. Formation of solar nebula reservoirs by mixing chondritic components. *Earth and Planetary Science Letters*, **248** : 650–660, 2006.
- ZOLENSKY M. & MCSWEEN H. Y. J. Aqueous alteration. *Meteorites and the Early Solar System*, abstract 114–143. 1988.
- ZOLENSKY M., NAKAMURA-MESSENGER K., FLETCHER L., & SEE T. Curation, spacecraft recovery, and preliminary examination for the stardust mission : A perspective from the curatorial facility. *Meteoritics and Planetary Science*, **43** : 5–21, 2008a.
- ZOLENSKY M., NAKAMURA-MESSENGER K., RIETMEIJER F., LEROUX H., MIKOUCHI T., OHSUMI K., SIMON S., GROSSMAN L., STEPHAN T., WEISBERG M., VELBEL M., ZEGA T., STROUD R., TOMEOKA K., OHNISHI I., TOMIOKA N., NAKAMURA T., MATRAJT G., JOSWIAK D., BROWNLEE D., LANGENHORST F., KROT A., KEARSLEY A., ISHII H., GRAHAM G., DAI Z. R., CHI M., BRADLEY J., HAGIYA K., GOUNELLE M., & BRIDGES J. Comparing wild 2 particles to chondrites and idps. *Meteoritics and Planetary Science*, **43** : 261–272, 2008b.
- ZOLENSKY M. E., BARRETT R. A., & HÖRZ F. The Use of Silica Aerogel to Collect Interplanetary Dust in Space. *Particle Capture, Recovery and Velocity/Trajectory Measurement Technologies*, abstract 94–05, 1994.
- ZOLENSKY M. E., BARRETT R. A., HÖRZ F., CARDENAS F., DAVIDSON W., HAYNES G., CARSWELL W., & KOONTZ S. L. The utility of silica aerogel as a cosmic dust capture medium on the space station. *Lunar and Planetary Institute Science Conference Abstracts*, volume **20**, abstract 1251, 1989.
- ZOLENSKY M. E., KROT A. N., & BENEDIX G. Record of low-temperature alteration in asteroids. *Reviews of Mineralogy and Geochemistry*, **68** : 429–462, 2008c.
- ZOLENSKY M. E. & THOMAS K. L. Iron and iron-nickel sulfides in chondritic interplanetary dust particles. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **59** : 4707–4712, 1995.
- ZOLENSKY M. E., ZEGA T. J., YANO H., WIRICK S., WESTPHAL A. J., WEISBERG M. K., WEBER I., WARREN J. L., VELBEL M. A., TSUCHIYAMA A., TSOU P., TOPPANI A., TOMIOKA N., TOMEOKA K., TESLICH N., TAHERI M., SUSINI J., STROUD R., STEPHAN T., STADERMANN F. J., SNEAD C. J., SIMON S. B., SIMIONOVICI A., SEE T. H., ROBERT F., RIETMEIJER F. J. M., RAO W., PERRONNET M. C., PAPANASTASSIOU D. A., OKUDAIRA K., OHSUMI K., OHNISHI I., NAKAMURA-MESSENGER K., NAKAMURA T., MOSTEFAOUI S., MIKOUCHI T., MEIBOM A., MATRAJT G., MARCUS M. A., LEROUX H., LEMELLE L., LE L., LANZIROTTI A., LANGENHORST F., KROT A. N., KELLER L. P., KEARSLEY A. T., JOSWIAK D., JACOB D., ISHII H., HARVEY R., HAGIYA K., GROSSMAN L., GROSSMAN J. N., GRAHAM G. A., GOUNELLE M., GILLET P., GENGE M. J., FLYNN G., FERROIR T., FALLON S., EBEL D. S., DAI Z. R., CORDIER P., CLARK B., CHI M., BUTTERWORTH A. L., BROWNLEE D. E., BRIDGES J. C., BRENNAN S., BREARLEY A., BRADLEY J. P., BLEUET

P., BLAND P. A., & BASTIEN R. Mineralogy and Petrology of Comet 81P/Wild 2 Nucleus Samples. *Science*, **314**(5806) : 1735–1739, 2006.

Publications

A TEM study of four particles extracted from the Stardust track 80

Julien STODOLNA*, Damien JACOB, and Hugues LEROUX

Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide, Université des Sciences et Technologies de Lille and CNRS,
 UMR 8008, F-59655 Villeneuve d'Ascq, France

*Corresponding author. E-mail: julien.stodolna@ed.univ-lille1.fr

(Received 15 May 2009; revision accepted 21 September 2009)

Abstract—Four particles extracted from track 80 at different penetration depths have been studied by analytical transmission electron microscopy (ATEM). Regardless of their positions within the track, the samples present a comparable microstructure made of a silica rich glassy matrix embedding a large number of small Fe-Ni-S inclusions and vesicles. This microstructure is typical of strongly thermally modified particles that were heated and melted during the hypervelocity impact into the aerogel. X-ray intensity maps show that the particles were made of Mg-rich silicates (typically 200 nm in diameter) cemented by a fine-grained matrix enriched in iron sulfide. Bulk compositions of the four particles suggest that the captured dust particle was an aggregate of grains with various iron sulfide fraction and that no extending chemical mixing in the bulb occurred during the deceleration. The bulk S/Fe ratios of the four samples are close to CI and far from the chondritic meteorites from the asteroidal belt, suggesting that the studied particles are compatible with chondritic-porous interplanetary dust particles or with material coming from a large heliocentric distance for escaping the S depletion.

INTRODUCTION

Cometary dust particles are believed to be relicts of the primitive material of the early solar system. Their sojourn in a comet nucleus probably permitted the preservation of primordial signatures from thermal, aqueous or irradiation alterations. For this reason, comets have been targets of a number of recent space missions. Cometary material is now available for studies in the laboratories since the Stardust mission (NASA) brought to Earth samples from the comet 81P/Wild 2 in January 2006. The cometary dust has been collected with a tray composed of low density silica aerogel cells. The particles were stopped in the aerogel at a relative velocity of 6.1 km s^{-1} that caused hypervelocity impacts (Hörz et al. 2006). The deceleration tracks contain cometary material unevenly distributed in various proportions (Hörz et al. 2006; Zolensky et al. 2006; Flynn et al. 2006; Ishii et al. 2008a; Lanzirotti et al. 2008). This configuration suggests abrasion and ablation or breaking up of the incident particles during the deceleration in the aerogel. For number of samples, in particular those extracted from track walls, the microstructure shows clear evidences of thermal modification in addition to strong intermixing with melted aerogel, showing that the particles suffered thermal alteration during the capture process (Leroux et al. 2008, 2009; Ishii et al. 2008b; Rietmeijer et al. 2008).

The aim of this paper is to compare four particles extracted from the walls of track 80 at various penetration depths. The samples are studied by analytical transmission electron microscopy (ATEM). We compare their relative microstructures and chemical compositions in order to state if the incident particle was homogeneous or made of an assemblage of unrelated subcomponents. We also aimed to increase understanding of the thermal modification process during capture deceleration.

Samples and Analytical Procedure

The allocated samples were prepared at the NASA Johnson Space Center Stardust curatorial facility. The particles were extracted from locations along tracks left in the aerogel using micromanipulators. They are then embedded in EMBED-812 epoxy resin and sliced into $\approx 70 \text{ nm}$ thick sections with an ultramicrotome equipped with a diamond knife. Cut sections are deposited onto C-coated TEM copper grids. Details about extraction and manipulation can be found in Zolensky et al. (2008a). The four particles studied here have been extracted from the walls of the bulb of track 80 (Fig. 1). This track presents a very large bulbous cavity at the entrance and three fine terminal particles emanating out of the bottom of the larger area. Stylus measure is about 4.5 mm in

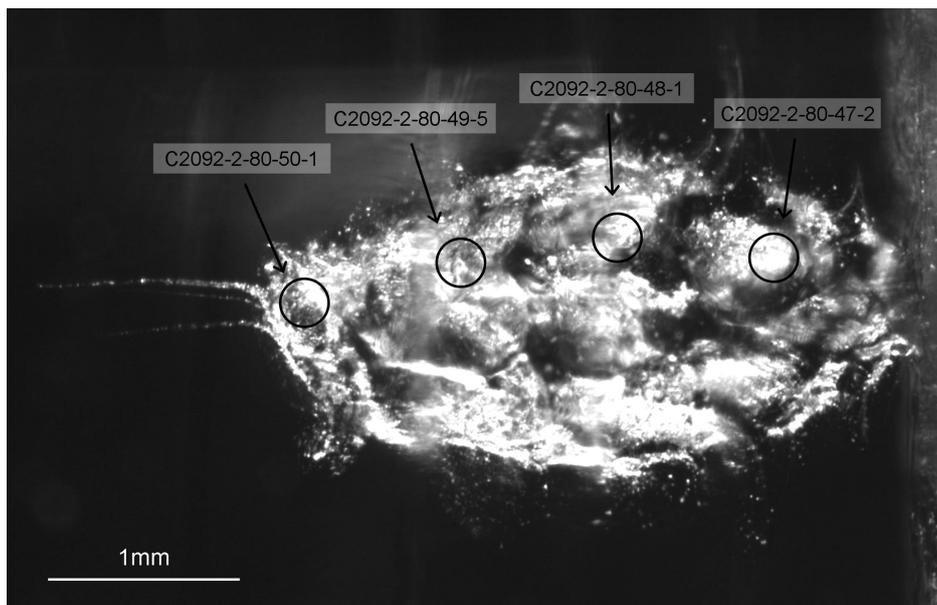


Fig. 1. Localization of the four samples in track 80. The track length is about 4.5 mm and 2 mm in width.

length and 2 mm in width. The studied allocated TEM samples are labeled C2092-2-80-47-2, C2092-2-80-48-1, C2092-2-80-49-5, and C2092-2-80-50-1 (Fig. 2) and correspond respectively to depths 0.8, 1.5, 2.5 and 3.5 mm from the entrance hole.

The samples were studied by ATEM using a Tecnai G2-20 twin (LaB₆ filament, 200kV) equipped with an energy dispersive X-ray spectroscope (EDS) EDAX Si-detector. Grain microstructures were studied by bright- and dark-field imaging in conventional TEM mode and with annular-bright and dark field detectors in scanning (STEM) mode. Compositions were studied by EDS with probe sizes ranging from 5 to 10 nm in the STEM configuration. For quantitative analyses, calculations of element concentrations and atomic ratios were carried out using calibrated *k*-factors and thin film matrix correction procedures. The *k*-factors for the major elements were determined using standard specimens according to the parameter-less method of Van Cappellen (1990). The relative errors are typically 5at% for the major elements (O, Si, Mg, Fe, and S) and 20at% for the minors. Elemental distributions were obtained by EDS X-ray intensity maps, using spectral imaging wherein each pixel of a spectrum image contains a full EDS spectrum. The acquisition time ranged from 15 to 20 hours using drift compensation (see Leroux et al. 2008 for details).

RESULTS

The microstructure of the four samples is quite comparable. It consists of a silica-rich glassy matrix enclosing a large number of small Fe-Ni-S inclusions and vesicles (Fig. 3a). Size of the metal-sulfide droplets is 20 nm

in average and it extends from a few nanometers to one hundred of nanometers. The average abundance is about 100–200 beads per μm^2 for a typically 70 nm thick foil. For the largest Fe-Ni-S inclusions, a metallic Fe-Ni core and a sulfide shell are clearly distinguishable on EDS X-ray intensity maps (Fig. 4). Size of the vesicles is approximately 50 nm in average and they present a lower abundance than the Fe-Ni-S droplets, typically 10 per μm^2 . In general, this microstructure is homogeneous within the sample but locally Fe-Ni-S beads free areas are found (Fig. 3b).

The compositions of the examined grains are highly variable from place to place on a submicron scale. They are all rich in SiO₂ due to a strong impregnation of the incident particle with melted aerogel during the high temperature stage of capture. Consequently the quenched mixture exhibits a low amount of cometary material. Representative compositions are given in Table 1. The major elements are O and Si due to the strong molten aerogel contribution. Mg, Fe and S concentrations are typically within the range 1–3 at%. Some minor elements as Al, Ca, Cr, Mn, and Ni are also present in low proportions, less than 0.5 at%. The fraction of cometary material in the glass has been estimated using the percentage of the major elements Mg, Fe and S, compared to Si and O, assuming that the cometary material have a composition close to CI. Typically this fraction is close to 10%. Table 2 gives a summary of the characteristics of each studied particle, including the size before ultramicrotomy, the analyzed volume by TEM and the percentage of cometary material found in this volume.

In order to compare the chemical composition of the four particles or the variability of composition in a given particle, a Fe-Mg-S ternary representation is well suitable because of

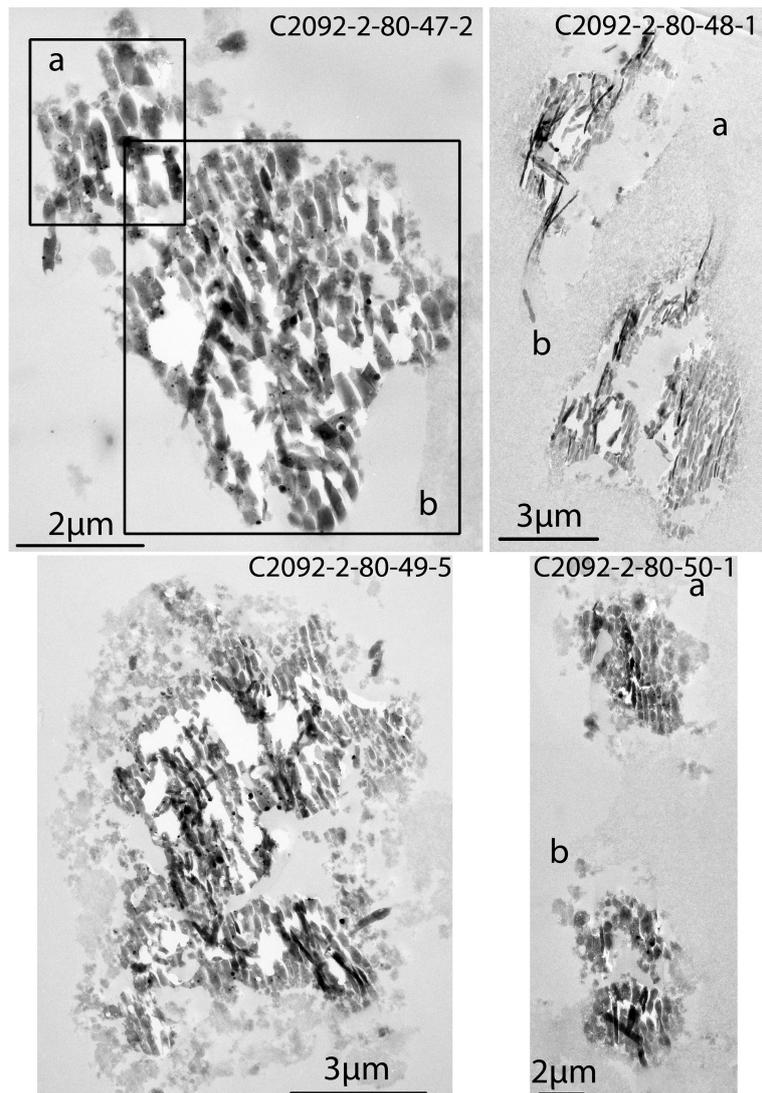


Fig. 2. Bright-field TEM images of entire TEM slices (70 nm thick) of the four studied samples. Some samples present two separate parts reported “a” and “b.”

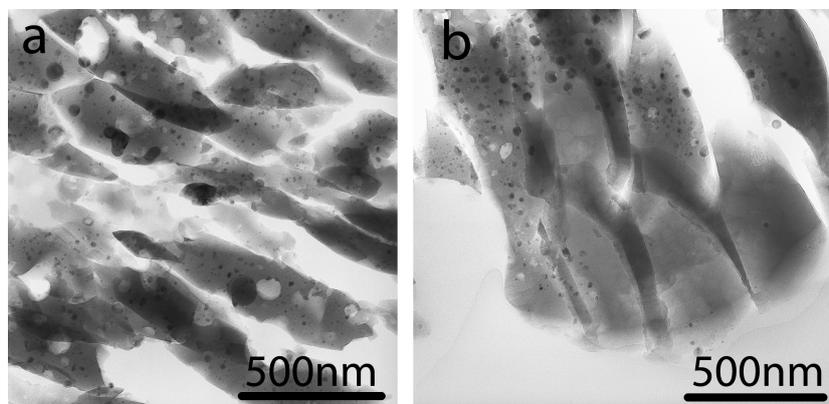


Fig. 3. Bright-field TEM images showing typical microstructure of the silica-rich glassy matrix (a) with and (b) without inclusions and vesicles. The shard-like texture is due to sectioning by ultramicrotomy.

Table 1. Representative EDS compositions (at%) for C2092-2-80-47-2 part 'b'. The $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ area compositions were selected randomly and show a low variability. The Mg-rich areas are usually free of Fe-Ni-S nanophases and are Fe-poor, suggesting that the FeO content in the glass is low. The glassy matrix compositions were obtained using small acquisition windows (typically $50 \times 50 \text{ nm}^2$) or point analysis with a probe size 5–10 nm.

O	Si	Fe	S	Mg	Al	Ca	Cr	Mn	Ni
Typical composition $1 \times 1 \mu\text{m}^2$									
65.36	30.95	0.91	1.00	1.06	0.62	0.05	0.02	0.00	0.03
63.36	29.58	2.73	2.13	1.32	0.62	0.11	0.04	0.02	0.08
65.40	29.94	1.23	1.31	1.37	0.58	0.09	0.04	0.01	0.04
64.08	29.80	2.24	1.57	1.44	0.59	0.11	0.02	0.01	0.14
63.94	29.67	1.66	1.48	2.33	0.69	0.12	0.03	0.02	0.06
Mg-rich areas $100 \times 100 \text{ nm}^2$									
63.33	25.85	1.93	1.44	6.31	0.60	0.15	0.05	0.04	0.06
65.94	21.31	0.37	0.39	10.99	0.35	0.13	0.00	0.02	0.00
61.48	22.41	0.45	0.50	13.75	0.57	0.22	0.01	0.01	0.01
Glassy matrix									
64.80	32.70	0.00	0.20	2.10	0.00	0.10	0.10	0.00	0.00
65.50	25.70	0.10	0.70	7.60	0.00	0.40	0.00	0.00	0.00
64.80	29.10	0.30	0.30	4.40	0.40	0.20	0.10	0.20	0.00
Average composition of the Fe-Ni-S nanophases									
–	–	58.19	39.52	–	–	–	–	–	2.29
Bulk									
65.73	28.65	1.36	1.16	2.28	0.61	0.09	0.02	0.01	0.07

Table 2. Characteristics of the four studied particles. The first line is the volume of the particles as extracted by the micromanipulators at JSC. The second line is the volume of material analyzed by ATEM. This corresponds to the surface of the TEM sample multiplied by its thickness. The third line is the percentage of cometary material found in the TEM sections, assuming that the cometary material is close to CI in composition and that the SiO_2 enrichment is due to melted aerogel. Finally, the last line is the deduced original size and volume of the particle before melting with aerogel.

	C2092-2-80-47-2	C2092-2-80-48-1	C2092-2-80-49-5	C2092-2-80-50-1
Volume before ultracut (μm^3)	1800	8000	520	4200
Analyzed volume (μm^3)	3.0	1.7	5.3	0.2
% of refractory material	11	4	11	9
Volume (μm^3)/diameter (μm) before melting and mixing with aerogel	$\approx 200/\approx 7$	$\approx 320/\approx 8.5$	$\approx 60/\approx 5$	$\approx 380/\approx 9$

the molten aerogel admixture (Leroux et al. 2009). The major phases present in extraterrestrial materials such as Fe-Ni metal, Fe-sulfides and Fe-Mg-silicates can be plotted on this diagram and compositions can be compared to those of other already known extraterrestrial objects. In this Fe-Mg-S ternary diagram, the average bulk composition of the samples is shown in Fig. 5. For samples made of two distinct parts (Fig. 2), two different series of measurements have been performed. The average bulk compositions are found slightly enriched in S by comparison with compositions of chondrites, including the CM and the rare K (Kakangari) grouplet (compositions from Wasson and Kallemeyn 1988 and McSween and Richardson 1977). Nevertheless the CI composition is the closest.

The EDS X-ray intensity maps show that distributions of the major elements (Mg, Fe, and S) are relatively homogeneous at the sample scale (Fig. 6). Mg is frequently in good correlation with Fe and S which are dominantly detected in the Fe-Ni-S phases. Locally Mg-rich and

inclusions free areas are detected, which probably correspond to melted Mg-rich silicates precursors, forsterite or enstatite. To study the composition distribution within a given sample, sub-areas compositions have been extracted from the EDS X-ray intensity maps and plotted in the ternary Fe-Mg-S diagram. Figure 7 shows compositions extracted from $400 \times 400 \text{ nm}^2$ sub-areas which were randomly selected over the sample. Each area corresponds to a low amount of cometary material, approximately $1.5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3$. The almost pure SiO_2 areas, containing less than 1% of non SiO_2 analysed material, were discarded. On the Fe-Mg-S diagram, the compositions are scattered along a line joining approximately the Mg corner and the average composition of the Fe-Ni-S phases. The S/Fe and Ni/Fe ratios are close to 0.85 and 0.05, respectively (Table 1). The silica-rich glassy matrix compositions are given in Table 1 and plotted in the ternary Fe-Mg-S diagram in Fig. 8, together with the average composition of the Fe-Ni-S nanophases which are quite comparable from sample to

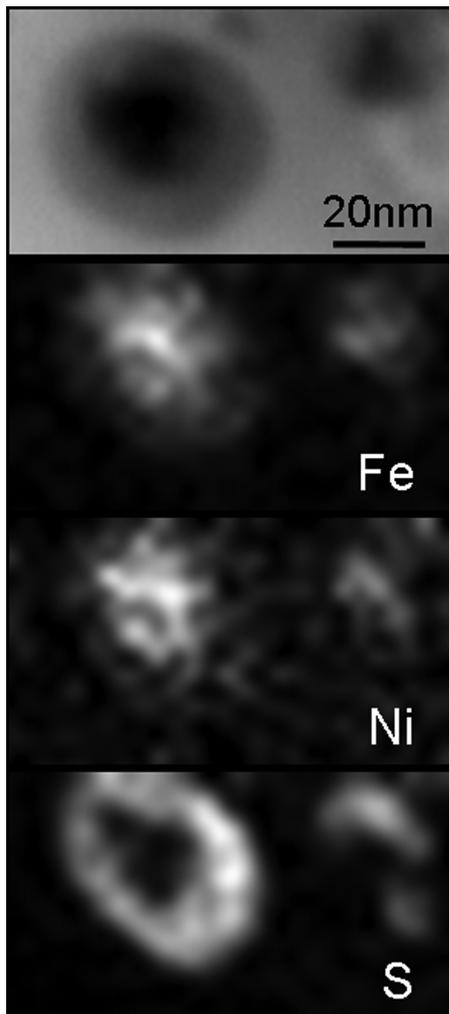


Fig. 4. Bright-field STEM image and EDS elemental distribution for Fe, Ni, and S of a Fe-Ni-S inclusion. A metallic Fe-Ni core and a sulfide shell are clearly distinguishable.

sample. The matrix composition is highly variable from place to place but the Fe concentration is always very low compared to the bulk composition. Each sample also contains Mg-rich patches, as seen for instance in Fig. 6. Corresponding representative compositions are given in Table 1. These compositions are also plotted in Fig. 9 together with compositions of sub-areas without these Mg-rich patches. This distribution of the elements in the glassy matrix strongly suggests that the cometary material was constituted by a fine-grained sulfide-rich component and Mg-rich silicates typically several hundreds of nanometers. By surface measurements on the X-rays intensity maps and with the corresponding compositions of each components (Mg-rich and sulfide-rich background), the relative fraction has been estimated. The Mg-rich material represents about 0.09 to 0.15 at% of the particles. Table 3 summarized the main chemical characteristics for the four samples.

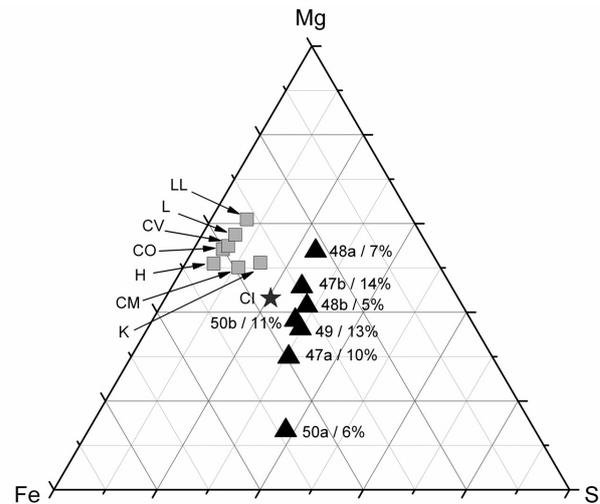


Fig. 5. Average compositions of the four samples in the ternary Fe-Mg-S diagram (carbonaceous and ordinary chondrites compositions from Wasson and Kallemeyn 1988 and K chondrite from McSween and Richardson 1977). Some samples present two separate parts with distinct average compositions (a and b). The weight of each composition is reported close to each point. It corresponds to the product of the percentage of cometary material found in the TEM section with the volume of the sample.

DISCUSSION

Track 80 is a bulbous type B track where several small styli emerge beneath the main cavity. This configuration suggests the impact of a highly porous aggregate made of a mixture of fine-grained materials containing coarse components (Hörz et al. 2006; Burchell et al. 2008; Trigo-Rodríguez et al. 2008). The original particle size and mass can be estimated with the assumptions that the track volume is related to the incident kinetic energy and that the diameter of the entrance hole is related to the size of the particle (Burchell et al. 2008). The track volume is close to 7 mm^3 . According to the calibration curve by Burchell et al. (2008), the corresponding kinetic energy is about $15 \pm 4 \text{ mJ}$. With an impact speed of 6.1 km s^{-1} the impactor mass is $6.4 \pm 1.6 \times 10^{-10} \text{ kg}$. The entrance hole diameter is 410 microns, corresponding to a particle diameter of about 70 microns, this latter value is being deduced with a large uncertainty. The deduced density is thus about $4000 \pm 2000 \text{ kg m}^{-3}$ which appears a little high for a porous aggregate. The four studied samples correspond to fragments disrupted and left along the track into the aerogel. The average concentration of the cometary material in the slices and the size of the extracted particles before the sectioning by ultramicrotomy allow an estimate of the size of the fragment before melting with aerogel (Table 2). The fragments correspond to spheres with diameters between 5 and $10 \mu\text{m}$. These four samples represent less than 1% of the parent particle which impacted the aerogel. This low proportion confirms that the parent particle broke up and dispersed its components into the track volume.

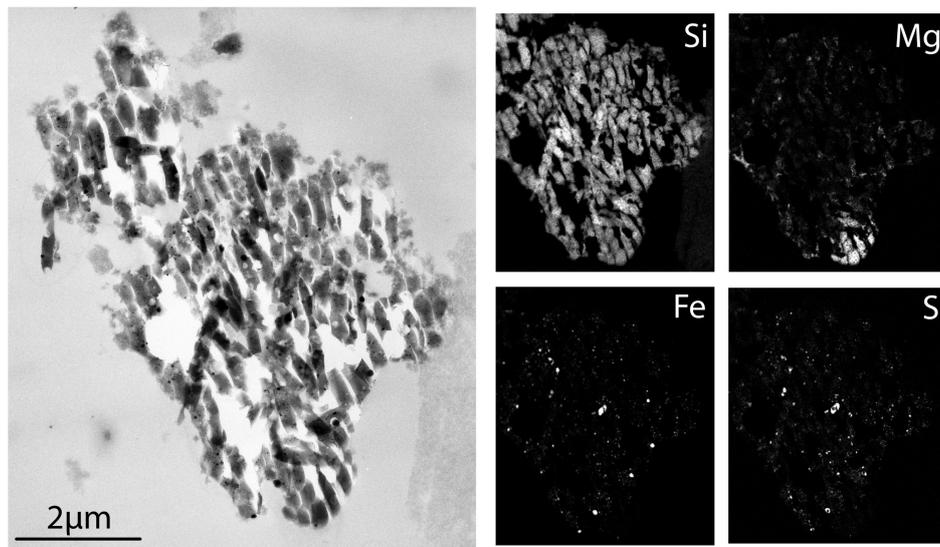


Fig. 6. Bright-field STEM image and EDS elemental distributions for Si, Mg, Fe and S in the part 'b' of the sample C2092-2-80-47-2. Fe, S localized in the Fe-Ni-S beads and Mg are frequently in good correlation. Locally Mg rich areas free of beads are observed.

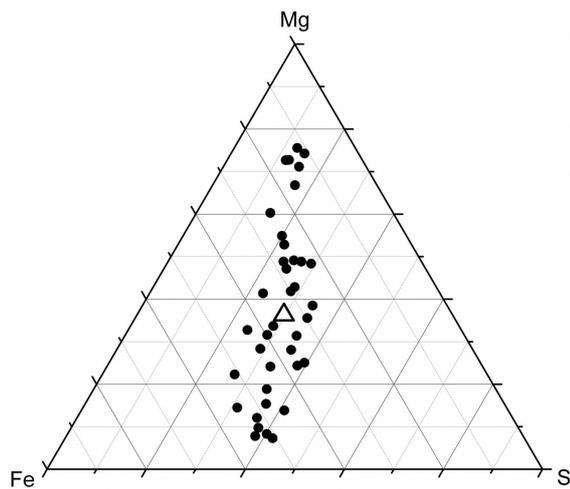


Fig. 7. Bulk (triangle) and sub-areas (disk) compositions of C2092-2-80-49-5 plotted in a Fe-Mg-S ternary diagram. Each sub-areas composition represents an analyzed volume about $1.5 \times 10^{-3} \mu\text{m}^3$.

Table 3. Main chemical characteristics of the four studied particles, including the fraction of the Mg-rich patches versus the sulfide-rich fine grained material and the S/Fe of the samples.

	C2092-2-80-47-2	C2092-2-80-48-1	C2092-2-80-49-5	C2092-2-80-50-1
Fraction of Mg-rich patches	0.11	0.09	0.14	0.15
S/Fe ratio	0.84	0.89	0.88	0.84

The particles show clear evidence for melting and mixing with molten aerogel. This is typical of strongly altered particles which are frequently found in dust extracted from

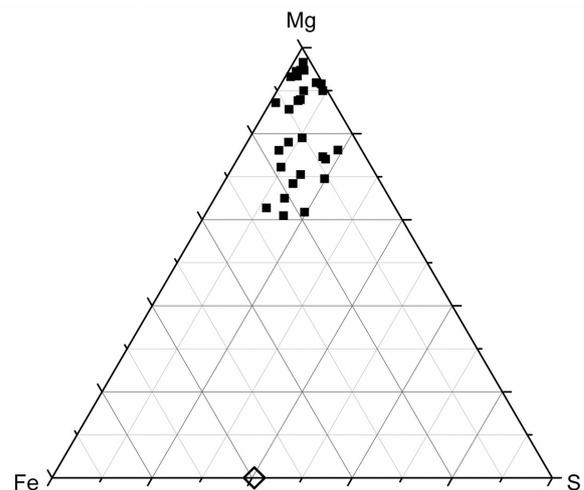


Fig. 8. Representative composition of the silica rich glassy matrix of the four samples (black filled square). These compositions have been measured by spot analysis (electron beam diameter 5–10 nm) between the Fe-Ni-S inclusions. The white diamond represents the average composition of the Fe-Ni-S nanophases.

Stardust track in aerogel (Leroux et al. 2008; Zolensky et al. 2008b). In the ternary Fe-Mg-S diagrams, the compositions are distributed along a line which joins the Mg corner and the average Fe/S relative composition of the Fe-Ni-S nanophases. This line represents a constant Fe/S ratio, suggesting that all the iron is contained in Fe-Ni-S nanophases and that the silica-rich glassy matrix is depleted in FeO, as confirmed by spot analyses (Table 1 and Fig. 8). This configuration agrees with results from Leroux et al. (2009) who proposed a Fe-Ni-S nanophase formation model based on a reduction reaction process that happened during the high temperature stage of

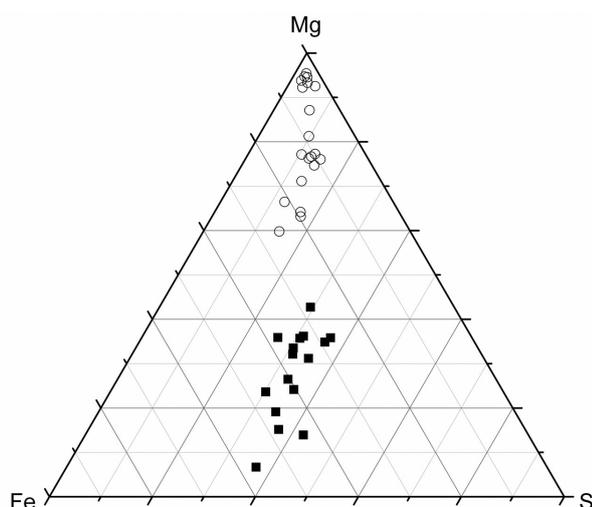


Fig. 9. Composition of the Mg-rich patches of the four samples (white open disk) and of the fine grained material (black filled squares). These compositions have been measured using the X-rays intensity maps in order to localize the Mg rich areas. The volume of analysis is variable for each plotted composition.

the capture. The reduction occurred between the FeO-bearing silicates and the carbonaceous matter coming from either the incoming particles or residual organics in the aerogel. This model also includes thermal decomposition of indigenous sulfides, redistribution of gaseous S_2 and further condensation on iron beads during cooling (Fig. 4). Iron reduction was also reported by Marcus et al. (2008) and Westphal et al. (2009).

The four samples suffered from thermal modification at comparable level, whatever their position in the bulbous region of the track. However, the extracted particles studied here have clear distinct bulk composition (Fig. 5), even when two particles are found in the same sample and are thus spatially very close (less than $5 \mu\text{m}$ for particles 48 and 50). Chemical mixing during the capture heating in the track, if it occurs, was spatially very limited. Variable compositions are probably due to variation in the relative proportion of silicate and iron-sulfide in the individual pieces of the initial aggregate which broke up during the hypervelocity impact. The X-ray intensity chemical maps revealed that the studied samples have a bimodal nature. They contain relatively large Mg-rich patches and a background with a relatively low concentration of Fe, Mg, and S as major elements. This configuration suggests that the incident fragments were made of Mg-rich silicate nuggets (ranging from 200 nm to $1 \mu\text{m}$ in diameter) stick together with a very fine-grained material enriched in Fe and S. From the elemental X-ray intensity maps, we have estimated the relative proportion of these two components in the different samples studied (Table 3). We found that the Mg-silicates fraction range from 0.09 to 0.15.

All studied samples show compositions enriched in Fe and S compared to the CI composition (Fig. 5). The deduced average elemental S/Fe ratio is close to 0.85. Table 3 gives

this ratio for the four studied samples. This ratio is higher than the CI value, which is equal to 0.56, according to the recommended element abundance by Wasson and Kallemeyn (1988). This ratio normalized to CI is $S/Fe = 1.5 \times CI$. This value strongly differs from the bulk analysis of tracks by Flynn et al. (2006) which reported a significant S underabundance, as measured by synchrotron X-ray microprobes (SXR). Note that the authors also pointed out that the S value was underestimated in the fluorescence measurements because of the strong absorption of the S $K\alpha$ X-rays in the aerogel. In contrast to SXR, our S/Fe estimation is made on extracted particles and the corresponding amount of material analyzed is very low compared to synchrotron measurements. However, the four samples raise comparable S/Fe values and thus are considered as reasonably representative of the whole incident particle which generated the track 80. In a recent study, Westphal et al. (2009) deduced S/Fe ratios in several tracks by using the Fe $K\alpha$ X-rays, the sulfide fraction being deduced from the X-ray absorption near-edge structure (XANES). They found an average S/Fe ratio = 0.46, which is very close to CI. Comparable values were also deduced by EDS-TEM measurements on thermally modified material extracted from different tracks by Leroux et al. (2008, 2009). A CI-like composition is also supported by TOF-SIMS analyses (Stephan et al. 2008a, 2008b) and is also suggested by the distribution of olivine compositions in Wild 2 grains (Zolensky et al. 2008b).

CONCLUSION

The ATEM study of four particles from track 80 shows intensive melting and mixing with melted aerogel. Elemental X-ray intensity maps reveal that the particles were constituted by an assemblage of Mg-rich silicates, typically 200 nm to $1 \mu\text{m}$ in size cemented by a sulfide-rich fine-grained material. The bulk average composition shows a high S/Fe ratio, approximately $1.5 \times CI$. These Wild 2 particles are comparable in bulk chemistry and in fine-grained arrangement to anhydrous chondritic porous interplanetary dust particles. The high S/Fe ratio is found far from the composition field of other meteorite groups which are depleted in S by a factor of 3–5 with respect to CI. This Wild 2 material likely originated from a large heliocentric distance for escaping the S depletion.

Acknowledgments—K. Nakamura-Messenger is gratefully acknowledged for the preparation of ultramicrotomed TEM samples. We thank M. Burchell for discussion about track morphology. We thank support by Centre National d'Etudes Spatiales (CNES) and the electron microscope facility by CNRS (INSU), European FEDER and region Nord-Pas-de-Calais. We also thank J. F. Dhenin and A. Addad for their help with the TEM and M. Zolensky for a detailed review and constructive comments on the manuscript.

Editorial Handling—Dr. Anthony Jones

REFERENCES

- Burchell M. J., Fairey S. A. J., Wozniakiewicz P., Brownlee D. E., Hörz F., Kearsley A. T., See T. H., Tsou P., Westphal A., Green S. F., Trigo-Rodríguez J. M., and Dominguez G. 2008. Characteristics of cometary dust tracks in Stardust aerogel and laboratory calibrations. *Meteoritics & Planetary Science* 43:23–40.
- Flynn G. J., Bleuett P., Borg J., Bradley J. P., Brenker F. E., Brennan S., Bridges J., Brownlee D. E., Bullock E. S., Burghammer M., Clark B. C., Dai Z. R., Daghlain C. P., Djouadi Z., Fakra S., Ferroir T., Floss C., Franchi I. A., Gainsforth Z., Gallien J.-P., Gillet Ph., Grant P. G., Graham G. A., Green S. F., Grossemy F., Heck P. R., Herzog G. F., Hoppe P., Hörz F., Huth J., Ignatyev K., Ishii H. A., Janssens K., Joswiak D., Kearsley A. T., Khodja H., Lanzirotti A., Leitner J., Lemelle L., Leroux H., Luening K., MacPherson G. J., Marhas K. K., Marcus M. A., Matrajt G., Nakamura T., Nakamura-Messenger K., Nakano T., Newville M., Papanastassiou D. A., Pianetta P., Rao W., Rieckel C., Rietmeijer F. J. M., Rost D., Schwandt C. S., See T. H., Sheffield-Parker J., Simionovici A., Sitnitsky I., Snead C. J., Stadermann F. J., Stephan T., Stroud R. M., Susini J., Suzuki Y., Sutton S. R., Taylor S., Teslich N., Troadec D., Tsou P., Tsuchiyama A., Uesugi K., Vekemans B., Vicenzi E. P., Vincze L., Westphal A. J., Wozniakiewicz P., Zinner E., and Zolensky M. E. 2006. Elemental compositions of comet 81P/Wild 2 samples collected by Stardust. *Science* 314:1731–1735.
- Hörz F., Bastien R., Borg J., Bradley J. P., Bridges J. C., Brownlee D. E., Burchell M. J., Chi M., Cintala M. J., Dai Z. R., Djouadi Z., Dominguez G., Economou T. E., Fairey S. A. J., Floss C., Franchi I. A., Graham G. A., Green S. F., Heck P., Hoppe P., Huth J., Ishii H., Kearsley A. T., Kissel J., Leitner J., Leroux H., Marhas K., Messenger K., Schwandt C. S., See T. H., Snead C., Stadermann F. J., Stephan T., Stroud R., Teslich N., Trigo-Rodríguez J. M., Tuzzolino A. J., Troadec D., Tsou P., Warren J., Westphal A., Wozniakiewicz P., Wright I., and Zinner E. 2006. Impact features on Stardust: Implications for comet 81P/Wild 2 dust. *Science* 314:1716–1719.
- Ishii H. A., Brennan S., Bradley J. P., Luening K., Ignatyev K., and Pianetta P. 2008a. Recovering the elemental composition of comet Wild 2 dust in five Stardust impact tracks and terminal particles in aerogel. *Meteoritics & Planetary Science* 43:215–231.
- Ishii H. A., Bradley J. P., Dai Z. R., Chi M., Kearsley A. T., Burchell M. J., Browning N. D., and Molster F. 2008b. Comparison of comet 81P/Wild 2 Dust with interplanetary dust from comets. *Science* 319:447–450.
- Lanzirotti A., Sutton S. R., Flynn G. J., Newville M., and Rao W. 2008. Chemical composition and heterogeneity of Wild 2 cometary particles determined by synchrotron X-ray fluorescence. *Meteoritics & Planetary Science* 43:187–213.
- Leroux H., Rietmeijer F. J. M., Velbel M. A., Brearley A. J., Jacob D., Langenhorst F., Bridges J. C., Zega T. J., Stroud R. M., Cordier P., Harvey R. P., Lee M., Gounelle M., and Zolensky M. E. 2008. A TEM study of thermally modified Comet 81P/Wild 2 dust particles by interactions with the aerogel matrix during the Stardust capture process. *Meteoritics & Planetary Science* 43:97–120.
- Leroux H., Roskosz M., and Jacob D. 2009. Oxidation state of iron and extensive redistribution of sulfur in thermally modified Stardust particles. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 73:767–777.
- Marcus M. A., Fakra S., Westphal A. J., Snead C. J., Keller L. P., Kearsley A., and Burchell M. J. 2008. Smelting of Fe-bearing glass during hypervelocity capture in aerogel. *Meteoritics & Planetary Science* 43:87–96.
- McSween H. Y. and Richardson S. M. 1977. The composition of carbonaceous chondrite matrix. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 41:1145–1161.
- Rietmeijer F. J. M., Nakamura T., Tsuchiyama A., Uesugi K., Nakano T., and Leroux H. 2008. Origin and formation of iron-silicide phases in the aerogel of the Stardust mission. *Meteoritics & Planetary Science* 43:121–134.
- Stephan T., Flynn G. J., Sandford S. A., and Zolensky M. E. 2008a. TOF-SIMS analysis of cometary particles extracted from Stardust aerogel. *Meteoritics & Planetary Science* 43:285–298.
- Stephan T., Rost D., Vicenzi E. P., Bullock E. S., MacPherson G. J., Westphal A. J., Snead C. J., Flynn G. J., Sandford S. A., and Zolensky M. E. 2008b. TOF-SIMS analysis of cometary matter in Stardust aerogel tracks. *Meteoritics & Planetary Science* 43:233–246.
- Trigo-Rodríguez J. M., Dominguez G., Burchell M. J., Hörz F., and Llorca J. 2008. Bulbous tracks arising from hypervelocity capture in aerogel. *Meteoritics & Planetary Science* 43:75–86.
- Van Cappellen E. 1990. The parameterless correction method in X-ray microanalysis. *Microscopy Microanalysis Microstructures* 1:1–22.
- Wasson J. T. and Kallemeyn G. W. 1988. Composition of chondrites. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A* 325:535–544.
- Westphal A. J., Fakra S. C., Gainsforth Z., Marcus M. A., Oglione R. C., and Butterworth A. L. 2009. Mixing Fraction of Inner Solar System Material in Comet 81P/Wild 2. *The Astrophysical Journal* 591:18–28.
- Zolensky M. E., Zega T. J., Yano H., Wirick S., Westphal A. J., Weisberg M. K., Weber I., Warren J. L., Velbel M. A., Tsuchiyama A., Tsou P., Toppani A., Tomioka N., Tomeoka K., Teslich N., Taheri M., Susini J., Stroud R., Stephan T., Stadermann F. J., Snead C. J., Simon S. B., Simionovici A., See T. H., Robert F., Rietmeijer F. J. M., Rao W., Perronnet M. C., Papanastassiou D. A., Okudaira K., Ohsumi K., Ohnishi I., Nakamura-Messenger K., Nakamura T., Mostefaoui S., Mikouchi T., Meibom A., Matrajt G., Marcus M. A., Leroux H., Lemelle L., Le L., Lanzirotti A., Langenhorst F., Krot A. N., Keller L. P., Kearsley A. T., Joswiak D., Jacob D., Ishii H., Harvey R., Hagiya K., Grossman L., Grossman J. N., Graham G. A., Gounelle M., Gillet Ph., Genge M. J., Flynn G., Ferroir T., Fallon S., Ebel D. S., Dai Z. R., Cordier P., Clark B., Chi M., Butterworth A. L., Brownlee D. E., Bridges J. C., Brennan S., Brearley A., Bradley J. P., Bleuett P., Bland P. A., and Bastien R. 2006. Mineralogy and petrology of comet 81P/Wild 2 nucleus samples. *Science* 314:1735–1739.
- Zolensky M. E., Nakamura-Messenger K., Fletcher L., and See T. 2008a. Curation, spacecraft recovery, and preliminary examination for the Stardust mission: A perspective from the curatorial facility. *Meteoritics & Planetary Science* 43:5–21.
- Zolensky M., Nakamura-Messenger K., Rietmeijer F., Leroux H., Mikouchi T., Ohsumi K., Simon S., Grossman L., Stephan T., Weisberg M., Velbel M., Zega T., Stroud R., Tomeoka K., Ohnishi I., Tomioka N., Nakamura T., Matrajt G., Joswiak D., Brownlee D., Langenhorst F., Krot A., Kearsley A., Ishii H., Graham G., Dai Z. R., Chi M., Bradley J., Hagiya K., Gounelle M., and Bridges J. 2008b. Comparing Wild 2 particles to chondrites and IDPs. *Meteoritics & Planetary Science* 43:261–272.



Pyroxenes microstructure in comet 81P/Wild 2 terminal Stardust particles

Damien JACOB^{1*}, Julien STODOLNA¹, Hugues LEROUX¹, Falko LANGENHORST², and F. HOUELLELIER³

¹Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide, Université des Sciences et Technologies de Lille and CNRS, UMR 8008, F-59655 Villeneuve d'Ascq, France

²Bayerisches Geoinstitut, Universität Bayreuth, D-95440 Bayreuth, Germany

³CEMES/CNRS, 29 rue Jeanne Marvig, 31055 Toulouse, France

*Corresponding author. E-mail: damien.jacob@univ-lille1.fr

(Received 24 March 2009; revision accepted 25 June 2009)

Abstract—We report the examination by transmission electron microscopy (TEM) of four Stardust terminal particles extracted from two neighboring tracks (32 and 69). The particles are made of well-preserved crystalline grains dominated by low-Ca pyroxene ranging from nearly pure enstatite to pigeonite. Some olivine grains are also found, in chemical equilibrium with the surrounding pyroxenes. Various microstructures are observed, as a function of the composition of the grains. They include (100)-twinned pigeonite, clino/ortho domains in enstatite and exsolution in a Ca-rich grain. The microstructures are mostly consistent with a formation by cooling from high-temperature phases, which could be associated to igneous processes. Some dislocations in glide configuration are also present, probably attesting for small intensity shocks. Possible effects of the rapid heating/cooling stage and thermal shock associated to the collect are discussed. It appears that most of the microstructural features reported here are plausibly pristine.

INTRODUCTION

The first examinations of captured dust particles from comet Wild 2 have been carried out in laboratories since the NASA Stardust capsule successfully returned the samples to Earth in January 2006 (Brownlee et al. 2006). Preliminary examination period revealed that the Wild 2 particles have been more or less severely thermally modified by the capture process due to hypervelocity impact at 6.1 km s^{-1} into silica aerogel capture media (Zolensky et al. 2006). The shape of tracks and the presence of individual components dispersed along the track indicates that Wild 2 dust have been alternatively loose aggregates (Hörz et al. 2006; Zolensky et al. 2006) or large mineral grains that have fragmented along the tracks (Burchell et al. 2008). In all cases, the larger components have penetrated more deeply into the aerogel and are found as terminal particles. These terminal particles are usually coarse-grained crystalline material (over 1 micrometer) and are found relatively well preserved from thermal capture modification. They include CAI-like particles (Simon et al. 2006) and chondrule-like objects (Nakamura et al. 2008), which suggests that some Wild 2 material is comparable to already known chondritic meteorites from the asteroid belt (Ishii et al. 2008). These observations support also the view of particle formation in the inner region of solar

nebula followed by a large-scale radial mixing of matter in the protoplanetary disk before accretion in the comet.

Terminal particles are dominated by coarse-grained silicate grains (olivine and pyroxene) with a wide compositional variation (Zolensky et al. 2008a). In this context, fine-scale analysis of pyroxene-bearing particles is of peculiar interest to estimate formation conditions because pyroxenes are good indicators of thermal and deformational events. “Two pyroxene” thermometry is a useful tool for constraining the equilibration temperature of igneous and metamorphic rocks. This method is based on the distribution of Ca, Fe, and Mg between orthopyroxene and clinopyroxene over the 700–1500 °C range of temperatures (e.g., Ross and Huebner 1979; Lindsley 1983; Lindsley and Andersen 1983; Davidson and Lindsley 1985). Mg, Ca, and Fe cations ordering is also used as geospeedometer (e.g., Zema et al. 2003). Pyroxenes easily incorporate minor elements such as Na, Al, Ti, Cr, and Mn, and their partitioning in the crystallographic sites is a sign of the conditions of phase formation. This also applies to rare earth elements (REE), which frequently display zoning because of their slow diffusion rate (e.g., Papike et al. 2005; Papike 1996). Unlike olivine, pyroxene grains frequently record complex exsolution textures during cooling, and this can be used to decipher the igneous history (e.g., McCalister and Nord 1981;

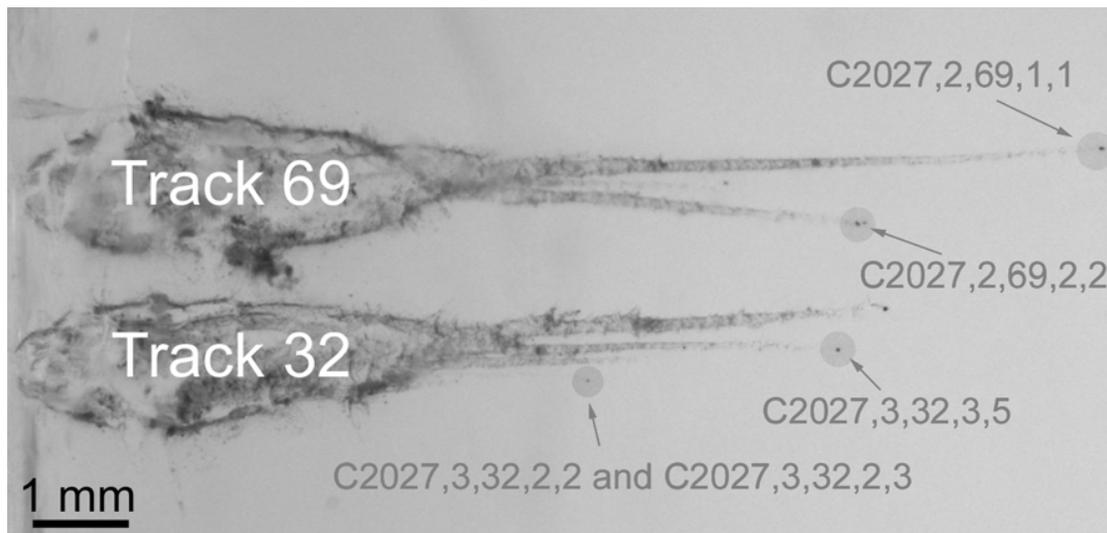


Fig. 1. Optical micrograph of tracks 32 and 69. (Image courtesy of NASA)

Leroux et al. 2004). Finally, pyroxenes are also known to display a wide variety of crystal defects, like, for instance, those occurring during shock deformation (e.g., Leroux et al. 1994; Langenhorst et al. 1995; Leroux 2001).

In this paper, we present data on the composition and microstructure of four pyroxene-rich terminal particles from Wild 2 studied by analytical transmission electron microscopy (ATEM).

SAMPLES AND ANALYTICAL PROCEDURE

The five Wild 2 samples analyzed in this study originate from four terminal particles of the neighboring tracks 32 and 69 from cell 27 (Fig. 1). They are TEM ultramicrotomed slices with the following labels: C2027,2,69,1,1: track 69, grain 1 (allocated to Univ. Lille), C2027,2,69,2,2: track 69, grain 2 (allocated to Univ. Lille), C2027,3,32,2,3: track 32, grain 2 (allocated to Univ. Lille), C2027,3,32,2,2: track 32, grain 2 (allocated to BGI Bayreuth), C2027,3,32,3,5: track 32, grain 3 (allocated to BGI Bayreuth).

The corresponding cometary grains were extracted from aerogel at NASA Johnson Space Center (JSC) Stardust curatorial facility. Details about extraction and manipulation can be found in Zolensky et al. (2008b). The extracted particles were embedded in EMBED-812 epoxy for serial sectioning using ultramicrotome equipped with a diamond knife. Each sample consisted of several TEM slices placed on a supporting carbon thin film stretched on a copper grid.

TEM results are acquired using a Phillips CM20 (Schottky field emitter operated at 200 kV, BGI, Bayreuth), a Philips CM30 (LaB₆ filament operated at 300 kV, Univ. Lille) and a FEI Tecnai G2-20 twin (LaB₆ filament operated at 200 kV, Univ. Lille). Chemical compositions are measured using energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) with Thermo-Noran and EDAX Si-detectors (CM30 and Tecnai,

respectively), and a Thermo-Noran Ge-detector (CM20). Analyses are recorded using a probe size ranging from 5 to 15 nm, either with a fixed probe for spot analyses or with a scanning probe for more spatially extended analyses and elemental distribution. Detailed description of analysis procedure and data reduction is given in Leroux et al. (2008a).

The microstructure of the samples is studied by conventional bright-field and dark-field imaging. For defect imaging, weak-beam conditions are used. High-resolution images are taken for fringe spacing measurements and planar defects characterization. Some high-resolution images have been obtained on the SACTEM-Toulouse (spherical aberration corrected TEM), a Tecnai F20 (FEI) equipped with a FEG source operated at 200 kV and an objective lens spherical aberration corrector (CEOS company). Among numerous advantages, the aberration correction enables the acquisition of good quality high-resolution images even for thick areas of the sample. Crystallographic data are obtained by selected-area electron diffraction (SAED). The CM30 (Univ. Lille) microscope is equipped with a Spinning Star precession module from the Nanomegas Company. Applying precession, the incident beam is scanned at a constant angle around the optic axis, in combination with a similar de-scan of the beam below the specimen (Vincent and Midgley 1994). The reflections are thus swept successively through the Ewald sphere and integrated intensities over a large range of deviation parameter are collected. Resulting diffraction patterns are thus always symmetric in intensity, even if the sample is not precisely oriented. Furthermore, dynamical interactions are strongly reduced, which limits the occurrence of double diffraction spots and makes the intensities more related to the structure factor. These points are of great use for the phase identification of small and imbricate crystallites as is the case in this study.

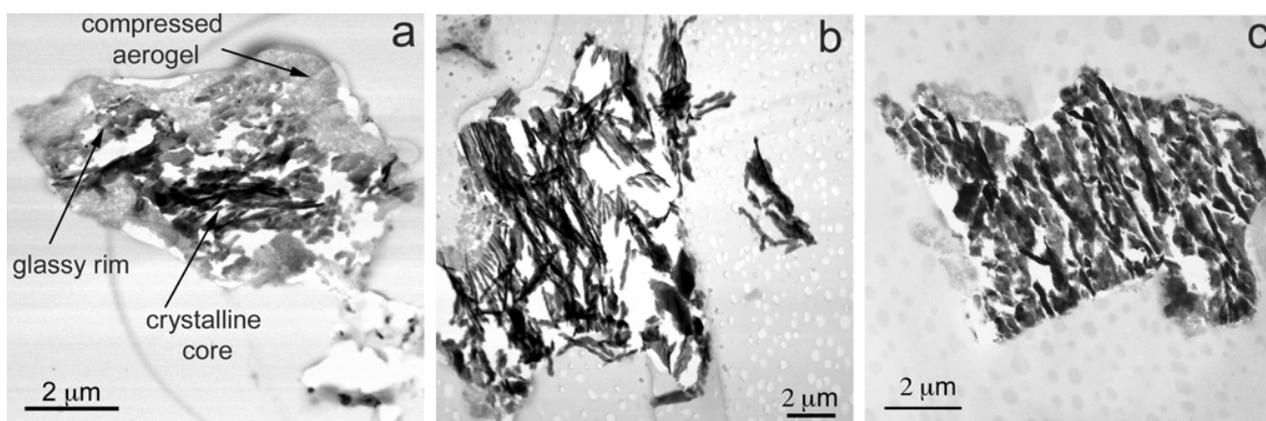


Fig. 2. Bright-field STEM images of samples a) C2027,2,69,1,1, b) C2027,2,69,2,2, and c) C2027,3,32,2,3. The sections are composed by a crystalline core surrounded by a dense silica-rich glass containing Fe-Ni-S phases and vesicles. Compressed aerogel is also present at the margin.

RESULTS

General Description and Compositions

The samples exhibit the same general aspect. They are made of a central area composed of crystalline shards partially overlapping due to the sample preparation. General views of the samples are shown in Fig. 2 for C2027,2,69,1,1, C2027,2,69,2,2, and C2027,3,32,2,3, showing various extent of damage relative to the preparation. A more or less broad rim of dense SiO₂-rich amorphous material surrounds the crystalline cores. Compressed aerogel is also frequently present at the margin. In sample C2027,2,69,1,1 (Fig. 2a), the glassy rim is much broader than in the other samples. This glassy material is silica-rich, with variable concentration of other elements. It contains Fe-Ni-S nanophases and large vesicles. Representative compositions are given in Table 1 for C2027,2,69,1,1. The characteristics of the glassy rim are quite comparable to those of the thermally modified particles which originate from melting and mixing of cometary material and aerogel (Leroux et al. 2008a).

The studied particles are dominated by low-Ca pyroxenes. C2027,2,69,1,1 is constituted of pigeonite with minor olivine, while the other samples are Mg-rich orthopyroxene, i.e., orthoenstatite. In C2027,2,69,1,1 and C2027,2,69,2,2 minor Ca-rich pyroxene is also found. Representative compositions are summarized in Table 2. In the following sections, we describe the microstructure of the two types of samples: pigeonite (C2027,2,69,1,1) and orthoenstatite (C2027,2,69,2,2, C2027,3,32,2,2/3 and C2027,3,32,3,5).

Pigeonite (C2027,2,69,1,1)

(100) Twinning

The dominant microstructure consists of a high density of lamellae parallel to the (100) planes (Figs. 3a, 3b). The (100)

lamellae are roughly aligned from one shard to another, suggesting a common monocrystalline parent grain prior to the TEM preparation. Lamella widths range from 5 to 50 nm. These lamellae correspond to twinned domains as shown by the SAED pattern on Fig. 3c, which consists of the superposition of two monoclinic $P2_1/c$ phases, related by a mirror plane along (100). Distinction between the two monoclinic space groups of the pigeonite, namely the “high temperature” $C2/c$ and the “low temperature” $P2_1/c$, is made using the presence of h -odd $h00$ reflections. In the $C2/c$ space group, those reflections are kinematically forbidden ($h + k$ odd) and cannot appear by double diffraction, whereas they are visible in the $P2_1/c$ space group.

Inclusions: Olivine and Chromite

Small olivine grains, typically 200 nm in size, are also found as inclusions in the pigeonite host (Fig. 4a). Their composition ranges from Fo₇₆ to Fo₈₃ (Table 1). The Mg/(Mg + Fe) ratio close to that of the pigeonite host suggests a chemical equilibrium between the two phases. A second population of inclusions is occasionally present in the (100) habit planes of the pigeonite host (Fig. 4b). These inclusions are typically 20–30 nm in size, which is too small to be individually analyzed by EDS without including the pigeonite host. Nevertheless, spot analyses on the inclusions display strong Cr and Fe enrichments. Subtraction of the spectra from those recorded in the adjacent matrix strongly suggests that the inclusions are chromite (FeCr₂O₄). High-resolution images taken on the SACTEM-Toulouse clearly reveals the crystallographic orientation relationship of the {111} planes of the precipitates (spinel structure, space group $Fd-3m$) with the (100) planes of the pigeonite host (Fig. 4c). The Fourier transform diagram corresponds to a face-centered cubic structure oriented along a $\langle 110 \rangle$ zone axis. The {111} interplanar spacing is about 0.48 nm, which is compatible with the expected FeCr₂O₄ cell parameter ($a = 0.830$ – 0.838 nm).

Table 1. Representative EDS composition (at%) for sample C2027,2,69,1,1. The silica-rich glass compositions are from about $300 \times 300 \text{ nm}^2$ wide areas. They are highly variables from place to place. For the pyroxene compositions, we have found a quasi-systematic SiO_2 excess, from 5 to 10 mol %. This excess probably originates from the adjacent silica glass that embedded the grains during the collect. In order to best report the cation distribution in the pyroxene structure, we subtracted this SiO_2 excess according to the ideal pyroxene structural formulae $(\text{M},\text{Al})_2(\text{Si},\text{Al})_2\text{O}_6$, with M are divalent cations and Al being for reason of charge compensation distributed between the tetrahedral and octahedral sites. For data reduction we used the following formulae: $(\text{Si} + \frac{1}{2} \text{Al}) = (\text{sum of the other cation} + \frac{1}{2} \text{Al})$. Once the excess of SiO_2 subtracted, the compositions were then renormalized to 100%. The same problem occurred for the olivine compositions. Since the tetrahedral sites in olivine is occupying only by Si, with a general structural formulae M_2SiO_4 , we used the equation $2\text{M} = \text{Si}$.

O	Si	Mg	Fe	Ni	S	Al	Ca	Cr	Mn
Silica-rich glassy areas									
62.3	27.1	6.0	1.4	0.1	1.5	0.8	0.3	0.1	0.3
63.3	28.4	4.5	1.8	0.1	1.0	0.5	0.3	0.1	0.1
62.2	26.9	5.4	2.8	0.1	1.3	0.5	0.4	0.2	0.1
Pigeonite									
60.1	19.6	13.8	4.2	nd	nd	0.9	0.7	0.6	0.2
60.0	19.7	14.2	4.0	nd	nd	0.7	0.9	0.3	0.2
60.1	19.6	14.2	4.2	nd	nd	0.8	0.8	0.1	0.2
60.2	19.5	14.4	3.6	nd	nd	1.0	0.4	0.6	0.2
60.2	19.6	13.8	3.9	nd	nd	0.8	0.8	0.6	0.3
High-Ca pyroxene									
60.1	19.4	8.6	3.0	nd	nd	1.2	7.2	0.3	0.3
Olivine									
55.7	13.9	23.0	7.0	nd	0.1	nd	nd	0.1	0.2
50.8	12.7	28.9	6.1	nd	0.2	nd	nd	nd	0.4
57.2	14.3	22.6	5.6	nd	nd	0.1	0.0	0.0	0.1
57.2	14.3	23.3	3.7	nd	0.0	0.4	0.0	0.0	0.3

Table 2. Summary of the representative compositions (at%) for the four studied grains.

C2027,2,69,1,1	Pigeonite (Pi) $P2_1/c$ with minor olivine (Ol) and diopside (Di)	Pi: $\text{En}_{72-78}\text{Wo}_{2-6}\text{Fs}_{17-24}$ Ol: Fo_{76-83} Di: $\text{En}_{45}\text{Wo}_{39}\text{Fs}_{16}$
C2027,2,69,2,2	Orthopyroxene (Opx) with minor diopside	Opx: $\text{En}_{94-97}\text{Wo}_{1-4}\text{Fs}_{1-5}$ Di: $\text{En}_{76}\text{Wo}_{21}\text{Fs}_3$
C2027,3,32,2,3	Orthopyroxene	$\text{En}_{91-95}\text{Wo}_{2-4}\text{Fs}_{3-6}$
C2027,3,32,3,5	Orthopyroxene	$\text{En}_{94-95}\text{Wo}_{2-3}\text{Fs}_{2-4}$

Dislocations

Dislocations lying in the (100) planes are found in pigeonite (Fig. 5a). They are visible with the diffraction vector $\mathbf{g} = \mathbf{002}$ and are out of contrast with $\mathbf{g} = \mathbf{310}$, which suggests a Burgers vector \mathbf{c} and a screw character. Dislocations are also present in olivine (Fig. 5b). Observations with several diffraction vectors are compatible with dislocations having a Burgers vector \mathbf{c} .

Damaged Areas

Locally, the pyroxene grains exhibit lamellar microstructures that appear damaged compared with those of the surrounding shards (Fig. 6a). The lamellar laths are roughly parallel to (100) planes, but are misoriented by a few degrees with respect to one another. Nevertheless, diffraction patterns of these areas indicate a common mean orientation with the surrounding undamaged twinned grains (Fig. 6b).

Composition analysis of these areas does not reveal any differences from the surrounding pyroxene grains.

Note that such damaged areas are not found in this sample only but are present in all observed samples. Their occurrence may be due to the sample preparation by ultramicrotomy.

Enstatite (C2027,2,69,2,2, C2027,3,32,2,2/3 and C2027,3,32,3,5)

The four other samples are constituted of enstatite. A bright-field image of an enstatite grain in C2027,2,69,2,2 with the SAED pattern corresponding to the classical orthorhombic $Pbca$ space group is reproduced on Fig. 7. In all the samples, the microstructure is characterized by the presence of (100) planar defects. Lattice fringe images (Fig. 8) reveal that they consist in the insertion of

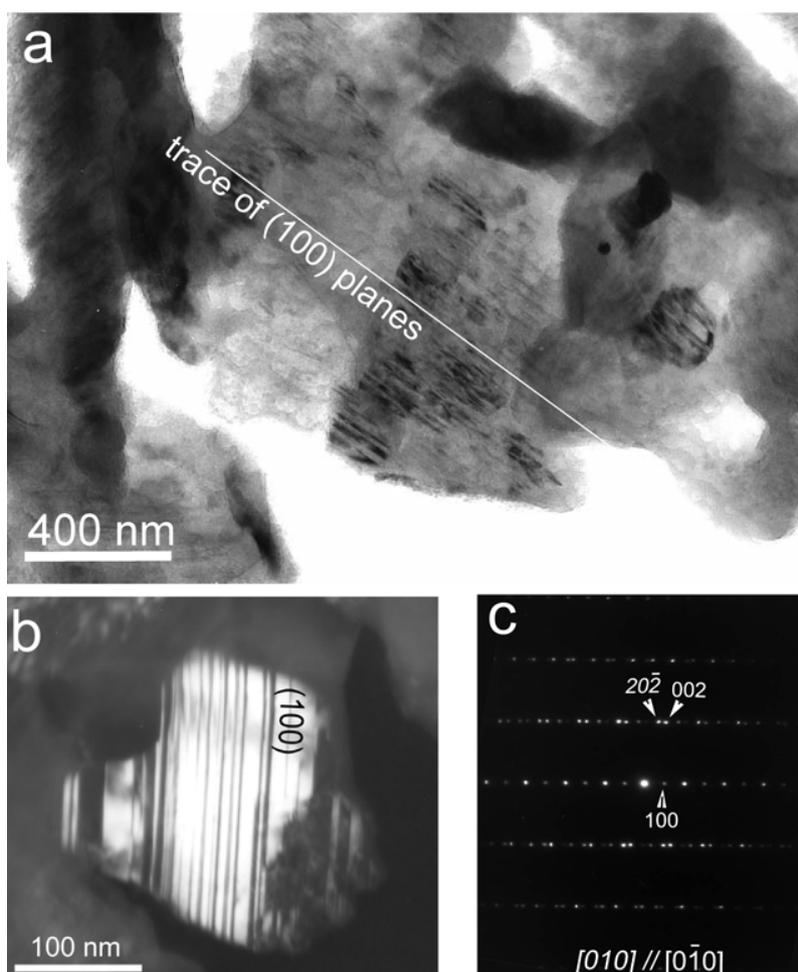


Fig. 3. Crystalline core of sample C2027,2,69,1,1. a) General view. The pyroxene grains exhibit a lamellar microstructure associated with twinning along (100). b) Dark-field image of a pigeonite grain with (100) planes oriented edge-on. Twinned domains exhibit strong contrast variations. c) Associated precession diffraction pattern corresponding to the superimposition of [010] and $[0\bar{1}0]$ zone-axes of the $P2_1/c$ space group related by a mirror along (100) plane.

clinoenstatite lamellae (CLEN, space group $P2_1/c$, fringe spacing along (100) ~ 9 Å) in orthoenstatite (OEN, space group $Pbca$, fringe spacing ~ 18 Å). The basic structural unit of both structures are corner-sharing SiO_4 tetrahedra forming chains along the c -axis (Papike and Cameron 1976). CLEN consists of two alternating chains whereas OEN is made of four alternating chains. Thus, when (100) planes are oriented edge-on, the OEN lamellae exhibit a fringe spacing which is twice that of the CLEN. Among the observed samples, a distinction can be made as a function of their CLEN/OEN ratio.

CLEN-Poor Samples: C2027,2,69,2,2 and C2027,3,32, 2,2/3

In those samples, the ratio of CLEN in OEN is about 20% (Fig. 8). The CLEN phase generally appears as isolated double (100) lamellae, more rarely as stacks of even numbers of lamellae (between 4 and 14). The lamellae usually transect the entire shards, but some of

them stop in the OEN and are terminated by partial dislocations. These dislocations are invisible in dark-field images taken with $g = 400$ and visible with $g = 002$, indicating a Burgers vector parallel to [001]. Some rare subgrain boundaries are found with lamellae stopping on them (Fig. 9), indicating that the lamellae postdate the subgrain boundaries.

CLEN-Rich Sample: C2027,3,32,3,5

In this sample, the ratio of CEN lamellae is much higher, about 50% (Fig. 10). As a consequence, strong streaks parallel to the a^* direction appear on the SAED patterns. Lattice fringe images reveal in this case that the CEN domains are constituted of even or odd numbers of lamellae (Fig. 11). Some twinning is also observed between adjacent clinoenstatite domains. Similar observations have been recently reported on the same particle by Schmitz and Brenker (2008).

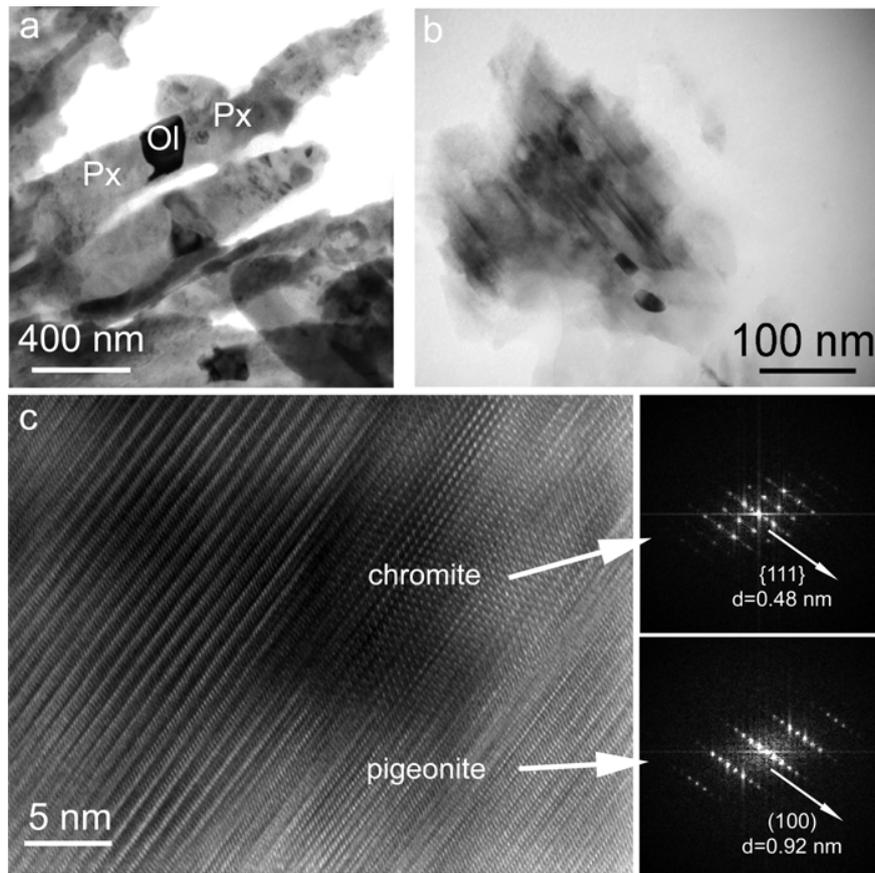


Fig. 4. Sample C2027,2,69,1,1. a) Olivine inclusions imbricate in pigeonite. b) Chromite inclusions in a twinned pigeonite host grain. c) High-resolution image of the chromite inclusion together with the Fourier transform diagrams of the chromite and pigeonite areas.

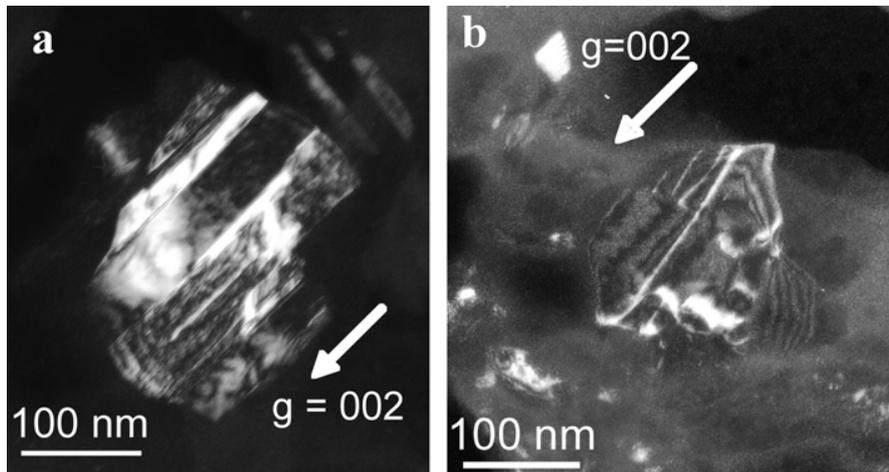


Fig. 5. Dark-field images of dislocations in sample C2027,2,69,1,1. a) In a pigeonite grain. b) In an olivine grain.

Dislocations

Free dislocations lying in the (100) planes of the orthoenstatite crystallites are observed in C2027,2,69,2,2, and C2027,3,32,2,2/3. They are elongated along the [100] direction and show small segments perpendicular to it

(Fig. 12a). The long segments are visible with the diffraction vector $g = 310$ and invisible with $g = 202$, which is compatible with b screw dislocations. Some other short segments visible with 202 are compatible with c Burgers vectors.

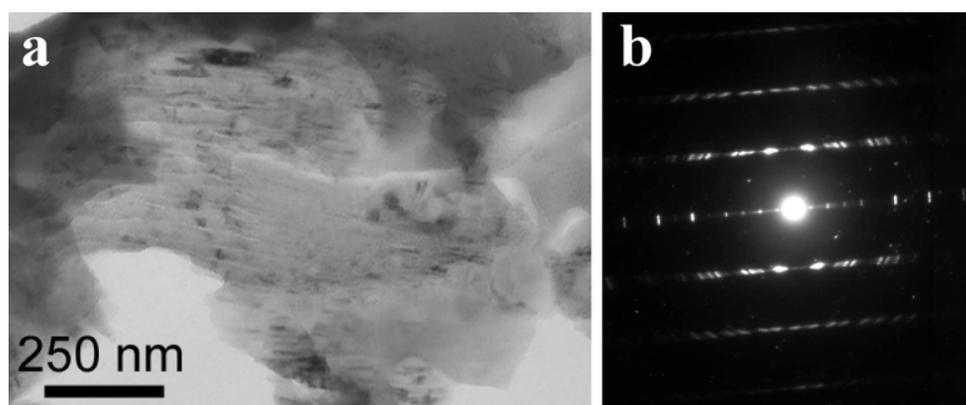


Fig. 6. Sample C2027,2,69,1,1. a) Bright-field image of a damaged pigeonite grain. b) Associated diffraction pattern along a [010] zone-axis. The mean orientation of the grain is the same as the surrounding twinned pigeonite grain.

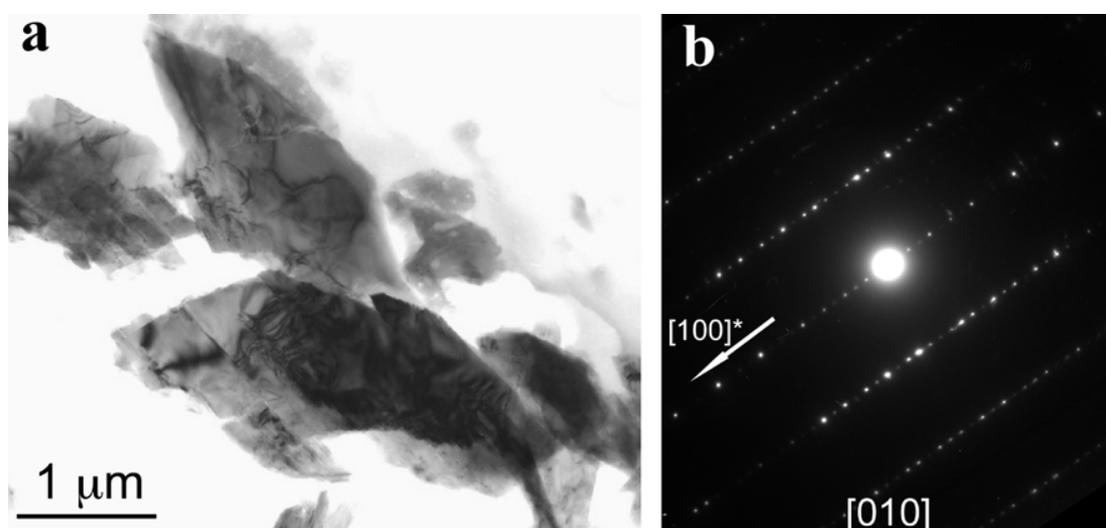


Fig. 7. Sample C2027,2,69,2,2. a) Bright-field image of an orthoenstatite grain. b) Corresponding SAED pattern along the [010] zone-axis (space group *Pbca*).

Exsolved Ca-Rich Grain in C2027,2,69,2,2

The Ca-rich grain found in C2027,2,69,2,2 exhibits a diopside-pigeonite exsolution microstructure on (001), with an average wavelength of 25 nm. A detailed description of this grain is given in Leroux et al. (2008b), and the main conclusions of this paper will be taken up in the discussion section. Dislocations are also present in this grain (Fig. 12b). Dislocation lines cross the (001) lamellae but are also locally curved along (001) planes. This interaction indicates that the dislocation formation postdates the exsolution phenomena. As in the CPX grain (C2027,2,69,1,1), the diffraction-imaging experiments with various diffraction vectors suggest a *c* Burgers vector.

DISCUSSION

The four terminal particles studied in this work are coarse-grained pyroxenes that have survived the high-

velocity capture in the collector. They appear relatively undamaged in comparison to the thermally modified grains frequently found in samples extracted from the wall tracks (Zolensky et al. 2006; Leroux et al. 2008a). They are single crystal particles several micrometers in diameter with a homogeneous microstructure. In the following discussion, we examine the possible origins of their main features: twinned pigeonite (C2027,2,69,1,1), CLEN lamellae in OEN (C2027,2,69,2,2, C2027,3,32,2,2/3 and C2027,3,32,3,5), and dislocations. The possible influence of the capture heating is also addressed.

Twinned Pigeonite

Pigeonite in sample C2027,2,69,1,1 contains a high density of (100) twins. Twinning in clinopyroxene can be obtained by two mechanisms: (1) quenching from the protopyroxene stability field and (2) plastic deformation

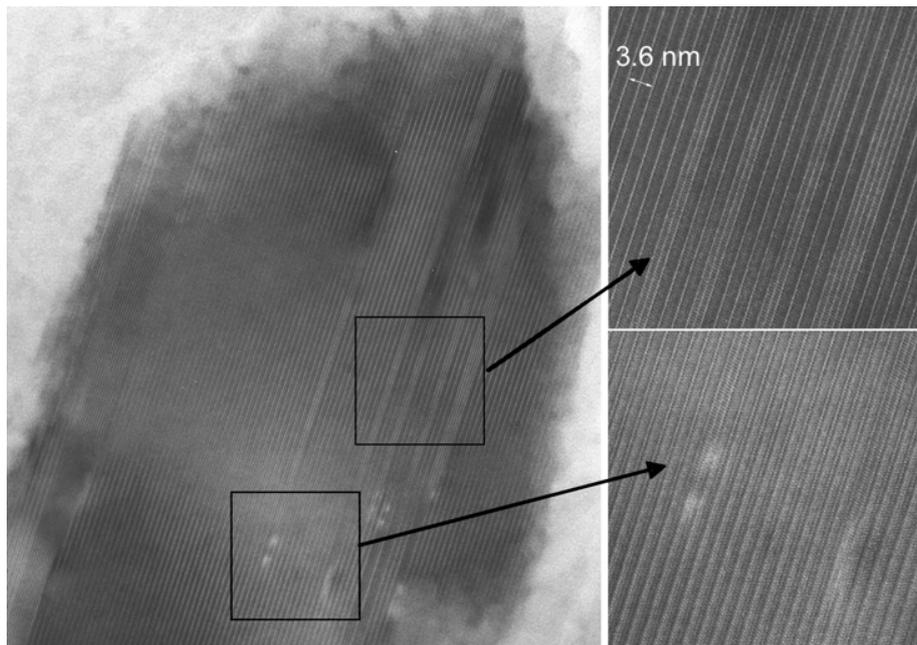


Fig. 8. Sample C2027,2,69,2,2. Lattice fringe image of an orthoenstatite grain. The 18 Å fringe spacing is associated with orthopyroxene whereas the 9 Å spacing corresponds to clinopyroxene. The CLEN phase generally appears as isolated double (100) lamellae, more rarely as stacks of even numbers of lamellae (between 4 and 14). When the clinopyroxene lamellae stop within the orthoenstatite matrix, some strain contrast associated to the stacking fault is observed.

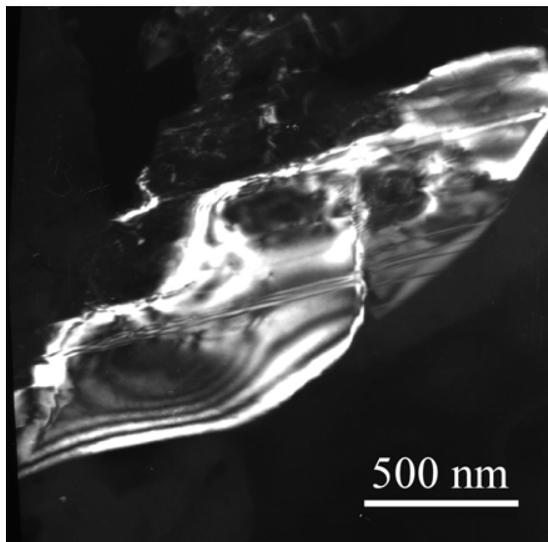


Fig. 9. Sample C2027,2,69,2,2. Dark-field image of (100) lamellae stopping on a grain boundary.

under high deviatoric stress (e.g., by shock deformation). For Ca-poor pyroxenes such as those observed in this sample, a high-temperature protopyroxene stability field extends for compositions ranging from pure enstatite to about $En_{80}Fs_{20}$ (Huebner 1980). Rapid cooling of protopyroxene (mechanism 1) leads to the formation of clinopyroxene with fine (100) polysynthetic twins, as observed experimentally

(Shimobayashi and Kitamura 1991) or in natural objects such as chondrules (Kitamura et al. 1983). In the case of plastic deformation (mechanism 2), the (100) twins occur as thin lamellae in the host, bordered by partial dislocations (Kirby and Christie 1977; Leroux et al. 1994). In our sample, the large fraction of twin domains (approximately 50%) and the absence of partial dislocations in the twin boundaries are not in agreement with a plastic deformation process. Thus, the twinned pigeonite microstructure of sample C2027,2,69,1,1 likely originates from cooling from the high temperature protopyroxene phase. Exsolution of chromite could have then occurred on further cooling.

CLEN Lamellae in Orthoenstatite

The dominant microstructure of the enstatite samples is the alternation of CLEN and OEN lamellae along the (100) planes. In C2027,2,69,2,2 and C2027,3,32,2,2/3 the CLEN/OEN ratio is about 20%, whereas it is about 50% in C2027,3,32,3,5. Furthermore, in the two first samples, CLEN domains are made of even numbers of lamellae, whereas in the latter, they are made of even or odd numbers, with occurrence of twinning. These differences must be related to different thermal histories. Indeed, following the review of Buseck et al. (1980), various possible mechanisms can be invoked to account for the observed mixed microstructures: (1) inversion from the high-temperature protoenstatite (PEN) stability field, (2) transformation from OEN by application of

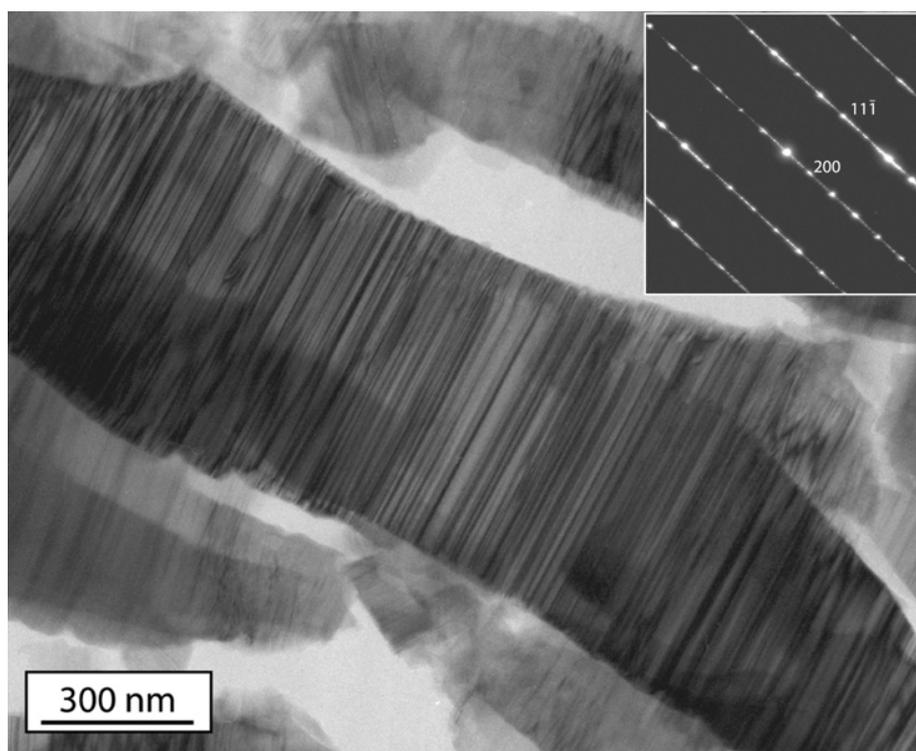


Fig. 10. Bright-field image of sample C2027,3,32,3,5 and the associated SAED pattern in the [011] zone axis orientation. Strong streaking associated with stacking disorder is observed in the a^* direction.

homogeneous shear or shock, (3) static transformation from OEN. For the distinction between these various mechanisms, the widths and twinning of the CLEN lamellae are used. Direct inversion from the high-temperature PEN (mechanism 1) should lead to the formation of multiple 9 Å wide CLEN domains, with abundant twins and stacking disorder. CLEN domains that are produced from OEN (mechanisms 2 and 3) should be visible as multiples of 18 Å lattice repeats, since a single OEN lamella gives rise to a pair of CLEN lamellae. For mechanism 2, abundant twinning should be present only if the transformation is due to strong shock. If the transformation is shear-induced, no twinning is expected since the shear should result in most of the CLEN having a common orientation. For mechanism 3, the CLEN domains could exhibit the two twins orientation in approximately equal proportions. Following this classification, mechanism 1—cooling from the high temperature PEN—should be at the origin of the microstructure of sample C2027,3,32,3,5, whereas mechanisms 2 or 3—shear-induced or static transformation from OEN—could be responsible for the microstructure of samples C2027,2,69,2,2 and C2027,3,32,2,2/3. We consider here that the absence of twinning in the studied area of these two samples may be not representative of the entire samples, and thus that the distinction between either a shear-induced or a static transformation from OEN is not straightforward. There are abundant evidences that external stress favors the formation of clinopyroxene from orthopyroxene. The

transformation is then martensitic in nature, with slip occurring on (100) planes. The transformation can also result from the passage through the crystal of partial dislocations with Burgers vector parallel to [001] (Coe and Kirby 1975; McLaren and Etheridge 1976). In our samples, the CEN lamellae often stop inside the OEN matrix, which suggests the formation via dislocation glide. Finally, in shocked OEN the CEN lamellae are abundant (e.g., Ashworth and Barber 1975; Ashworth 1985; Langenhorst et al. 1995; Leroux 2001), with pervasive twinning along (100). This is not the case for samples C2027,2,69,2,2 and C2027,3,32,2,2/3, for which this scenario can be excluded. In conclusion, the mixed CEN/OEN microstructures of the three enstatite samples are probably related to two types of mechanisms: cooling from the high temperature PEN phase for C2027,3,2,3,5 and direct inversion from OEN—either static or shear-induced—for samples C2027,2,69,2,2 and C2027,3,32,2,2/3.

Exsolved Diopside (C2027,2,69,2,2)

In C2027,2,69,2,2, a diopside grain has been found with an exsolution microstructure made of the alternating Ca-rich and Ca-poor lamellae parallel to (001) planes. In a previous paper (Leroux et al. 2008b), we have attributed the occurrence of this exsolved Ca-rich grain among a Ca-poor OEN to an igneous process, i.e., crystallization from a FeO-poor melt, pyroxene-like in composition, followed by a subsolidus

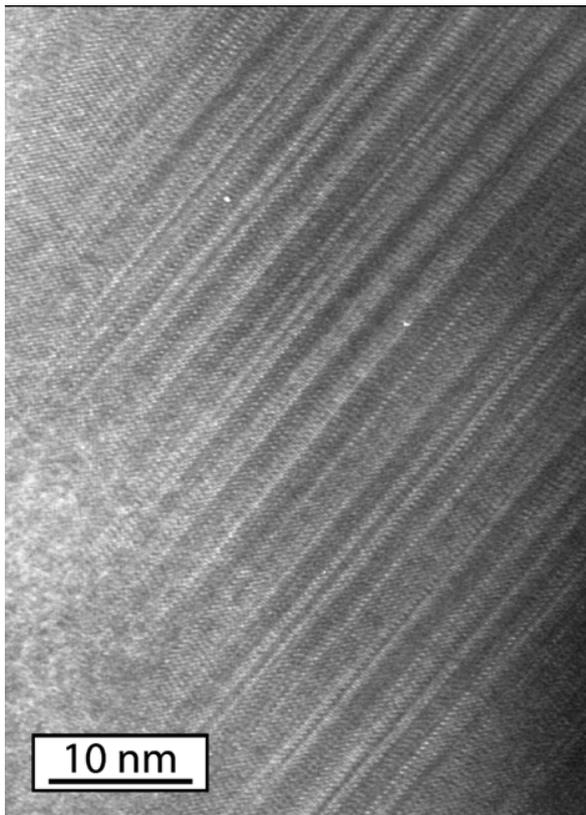


Fig. 11. Lattice fringe image of sample C2027,3,32,3,5.

exsolution process. Using the wavelength of the lamellae (25 nm) and a time-temperature transformation (TTT) diagram constructed with isothermal growths (Weinbruch and Müller 1995), the cooling rate has been estimated to 10–100 °C/h, within the temperature interval 1350–1200 °C. This cooling rate is very close to that of chondrule-like materials (Weinbruch and Müller 1995).

Dislocations: Evidence for Shock Deformation?

Dislocations have been found in all the samples. Free dislocations in olivine and pyroxene are generally clear indicators of shock deformation. The Stardust OEN grains (C2027,2,69,2,2, C2027,3,32,2,2/3) contain free dislocations in (100) with Burgers vectors [001] and [010] in edge orientation. These configurations correspond to the most active slip systems as observed in experimentally or naturally deformed orthopyroxene (Kohlstedt and Vander Sande 1973; McLaren and Etheridge 1976; Van Duysen et al. 1985; Nazé et al. 1987). In olivine grains found in C2027,2,69,1,1 dislocations have a Burgers vector [001] with screw orientation. This configuration is strongly dominant in shock-deformed olivine (e.g., Leroux [2001], and reference therein). The density of dislocations in olivine is increasing with the peak pressure but the olivine grains in C2027,2,69,1,1 are

small and the poor statistical occurrence preclude any speculation on the shock intensity. In clinopyroxene, i.e., pigeonite from C2027,2,69,1,1, the dislocations are screw [001] in (100). This configuration is once again the easiest activated glide system of clinopyroxene under shock deformation conditions (e.g., Leroux et al. 1994; Langenhorst et al. 1995). Partial [001] dislocations do not seem to be present in the twin walls of pigeonite as it might be the case for a shock deformation origin. In summary the dislocation microstructure observed in these samples is likely due to a shock event of small intensity. The occurrence of dislocations in glide configuration has already been reported in an olivine grain of Stardust samples (Tomeoka et al. 2008), and is also attributed to a shock origin. In Stardust samples, the peak pressure associated with the capture deceleration period into aerogel (Trigo-Rodríguez et al. 2008) could have reached a mean maximum value of 300 MPa, which is about one order of magnitude smaller than the Hugoniot elastic limit of pyroxene and olivine. Application of this peak pressure during the very brief period of capture (1 μs) is not expected to induce some dislocations motion, suggesting that the dislocations microstructure was established prior to the capture. Nevertheless, stress concentration within the particle is possible, leading to higher local stress values. Furthermore, heating of the collected grains is attested by the occurrence of the melt rim around the samples. The rapid heating and cooling of the particles during the collect could have induced a thermal shock, associated with high thermal gradient acting on an anisotropic elastic media such as pyroxene. This may also have contributed to the dislocations motion during capture.

Heating Effect

The interpretation of the microstructure of Stardust material is rendered complex because of the possible high-temperature regime that may have occurred during the capture deceleration. The capture of particles in aerogel has been demonstrated to induce local melting due to the hypervelocity impact at 6.1 km s⁻¹ in the silica aerogel collectors (Zolensky et al. 2006; Leroux et al. 2008a; Roskosz et al. 2008). The melted material has been quenched as a glass mixed with silica coming from melted silica aerogel. This easily recognized microstructure is not observed in our samples, except at the periphery of the particles. Thus, if the studied pyroxene grains have been prevented from melting, they may have undergone a short excursion at high temperature. If the temperature exceeded 1000 °C the enstatite grains could have entered into the high temperature PEN stability field. The transformation from CEN to PEN (and reverse) is very fast (Smyth 1974), martinsitic in nature, whereas the transformation from ortho- to proto-pyroxene, which requires a coordinated motion of alternating pairs of octahedral layers, is very sluggish (Smyth

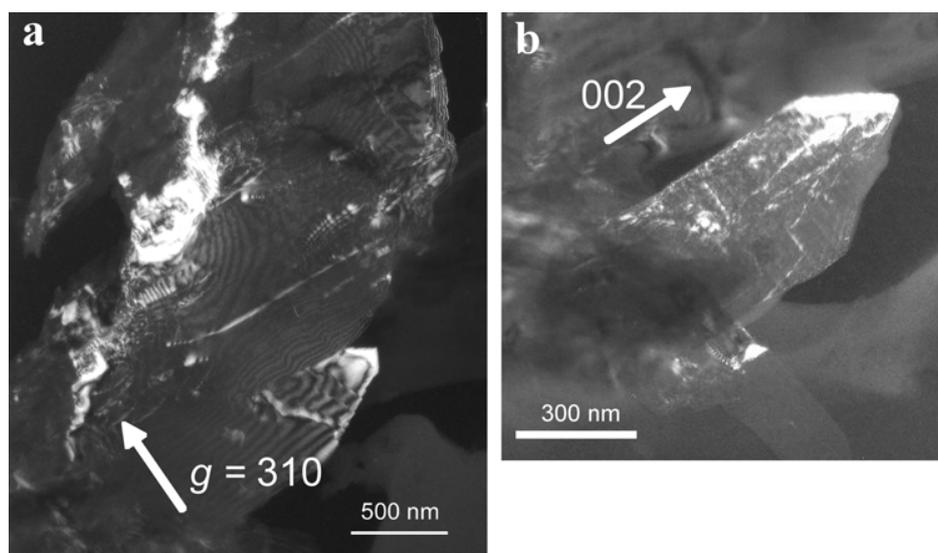


Fig. 12. Dark-field images of dislocations in sample C2027,2,69,2,2. a) In an orthoenstatite grain. b) In the exsolved diopside grain.

1974). If the grain was originally CEN rich, as C2027,3,32,3,5, some modifications of the microstructure may have then occurred. It is also the case of sample C2027,2,69,1,1 (Fe-rich clinopyroxene), but in that case the required temperature to reach the PEN domain is around 1400 °C. Nevertheless, in this sample, the presence of chromite exsolution on the twin boundaries, which requires time at high temperature, favors the twins formation before the capture process. For the OEN- rich samples such as C2027,2,69,2,2 and C2027,3,32,2,2/3, even if the PEN domain was reached, some time would have been needed to induce the sluggish transformation of OEN, much more than that of the high temperature period deduced from the observation of melted material in Stardust samples (Roskosz et al. 2008). Concerning the exsolved diopside grain in C2027,2,69,2,2, the cooling rate of 10–100 °C (Leroux et al. 2008b) appears much lower than the one deduced from the thermal regime associated to the capture (Roskosz et al. 2008), showing that the formation of an exsolution microstructure in pyroxene during the capture is unrealistic. In conclusion, we are likely to argue that the entire microstructures reported here are pristine, i.e., associated to natural pre-capture events.

Nevertheless, some possible small modifications of the pristine microstructures are possible. Indeed, as previously noticed concerning dislocations motion, even if 1000 °C was not reached, high thermal gradients are likely in the Stardust samples due to rapid heating and cooling. Thermal shear stresses must then have been produced. In these conditions the formation of clino-lamellae in orthoenstatite, as that observed in samples C2027,2,69,2,2, C2027,3,32,2,2/3, and C2027,3,32,3,5 is likely since this deformation process is starting at relatively low shear stress >70 MPa (Coe and Kirby 1975).

CONCLUSIONS

We have reported the detailed microstructure of four terminal particles coming from two neighboring tracks (69 and 32, cell 27) of Stardust collector. The two terminal particles from track 69 strongly differ. Particle 1 consists of twinned pigeonite: $\text{En}_{75}\text{Wo}_4\text{Fs}_{21}$ with minor olivine Fo_{76-83} . The twinned microstructure is not usual in pigeonite and is probably related to its specific FeO content and a corresponding protoenstatite–pigeonite transition at relatively high temperature (typically around 1400 °C). Particle 2 is an almost pure enstatite single crystal (average $\text{En}_{95}\text{Wo}_2\text{Fs}_3$). The CEN lamellae distribution is compatible with an OEN to CEN transition, likely assisted by a shear stress because of the presence of dislocations terminating CEN lamellae. The microstructure does not show evidence for a signature of a PEN-OEN transition, suggesting a moderate or low cooling after the crystal formation (supposing it formed at high temperature). Observation in this particle of an exsolved diopside grain is fully consistent with an igneous formation process, with a cooling rate similar to that of chondrule-like materials. Igneous textures or potential chondrule-bearing minerals have been identified in other Wild 2 particles (Zolensky et al. 2006; Joswiak et al. 2007; Nakamura et al. 2008), showing that chondrule-like objects are found not only in meteorites but also in bodies assembled at large distances from the inner region of the solar system. This important finding, together with the discovery of calcium-aluminium-rich inclusions (CAIs) (Simon et al. 2008), supports the model of radial transport in the protoplanetary disk into the region of comet formation (Brownlee et al. 2006; Zolensky et al. 2006).

In track 32, both studied terminal particles (grain 2 and 3) are OEN with very close compositions (respectively En_{97-98}

$Wo_{0-1}Fs_{1-2}$ and $En_{94-95}Wo_{2-3}Fs_{2-4}$). However they strongly differ by their CEN/OEN ratio. Grain 3 probably acquired its high density of CEN lamellae during cooling from the PEN high-temperature phase field. It is not excluded that the grain experienced a high temperature regime during capture within the protoenstatite stability field. In contrast, grain 2 is rather compatible with a transition from OEN to CEN assisted by glide of partial dislocation in (100).

The pyroxene terminal grains in track 32 and 69 clearly demonstrate that the corresponding Wild 2 dusts were made by several coarse-grained silicates having different and probably unrelated origins. Differences are evidenced both by grain compositions and defect microstructures. These observations are important to constrain the comet grain model. The Wild 2 dust is likely a mixture between micro-sized silicates and very fine-grained material. The terminal particles likely correspond to the more resistant phases, i.e., the coarse-grained silicates. Some material is also present all along the track cavities but is found unfortunately largely melted. In this case the composition is frequently close to CI (Leroux et al. 2008a; Stephan et al. 2008) and the deduced original grain size is more than one order smaller than the terminal particles. All these observations lead to conclude that dust particles which impacted the aerogel capture medium were weakly bound aggregates constituted by one or several large silicate grains together with a very fine grained matrix.

The defect microstructure in pyroxene is comparable to those already reported in chondritic meteorites. Twinned pigeonite was observed in chondrules (Kitamura et al. 1983), as well as the exsolved diopside with comparable lamellae wavelength (Weinbruch and Müller 1995). Clinopyroxene lamellae microstructure in orthopyroxene is a very frequent defect microstructure in meteorites. Following Ishii et al. (2008), we conclude that terminal particles closely resemble to chondritic meteorite minerals.

The presence of free dislocations as well as the partial dislocations in OEN are clear indicators for shock deformation. The relatively low density of dislocations suggests nevertheless a moderate shock. The deformation features may probably have formed prior to the high-velocity capture into aerogel because the peak pressure due to the capture is probably lower than 0.3 GPa, i.e., well below the Hugoniot elastic limit of silicates (Trigo-Rodríguez et al. 2008). Nevertheless the exceptional physical conditions of the capture include a possible intense thermal pulse. A thermal shock as possible cause for the observed microstructures cannot be ruled out. We expect that the in coming comparison at the microscopic scale of pre- and post-capture microstructures of experimentally shocked materials will help clarify this point.

Acknowledgments—The authors thank the Stardust curator M. Zolensky and Keiko Messenger for the preparation of the

ultramicrotomed TEM samples and helpful information about the preparation process. We also thank J. F. Dhenin for his careful maintenance of the TEMs. The CNES (Centre National des Etudes Spatiales), the CNRS, the CEA-METSA network, and the INSU electron microscopy facility are acknowledged for financial support. One of us (F. L.) is grateful for the financial support by the Leibniz programme of the Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG LA830/14-1).

Editorial Handling—Dr. Anthony Jones

REFERENCES

- Ashworth J. R. and Barber D. J. 1975. Electron petrography of shock effects in a gas-rich enstatite achondrite. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 49:149–162.
- Ashworth J. R. 1985. Transmission electron microscopy of L-group chondrites, 1. Natural shock effects. *Earth and Planetary Science letters* 73:17–32.
- Brownlee D., Tsou P., Aléon J., Alexander C. M. O'D., Araki T., Bajt S., Baratta G. A., Bastien R., Bland P., Bleuet P., Borg J., Bradley J. P., Brearley A., Brenker F., Brennan S., Bridges J. C., Browning N. D., Brucato J. R., Bullock E., Burchell M. J., Busemann H., Butterworth A., Chaussidon M., Chevront A., Chi M., Cintala M. J., Clark B. C., Clemett S. J., Cody G., Colangeli L., Cooper G., Cordier P., Daghlian C., Dai Z., D'Hendecourt L., Djouadi Z., Dominguez G., Duxbury T., Dworkin J. P., Ebel D. S., Economou T. E., Fakra S., Fairey S. A. J., Fallon S., Ferrini G., Ferroir T., Fleckenstein H., Floss C., Flynn G., Franchi I. A., Fries M., Gainsforth Z., Gallien J.-P., Genge M., Gilles M. K., Gillet Ph., Gilmour J., Glavin D. P., Gounelle M., Grady M. M., Graham G. A., Grant P. G., Green S. F., Grossemy F., Grossman L., Grossman J. N., Guan Y., Hagiya K., Harvey R., Heck P., Herzog G. F., Hoppe P., Hörz F., Huth J., Hutcheon I. D., Ignatyev K., Ishii H., Ito M., Jacob D., Jacobsen C., Jacobsen S., Jones S., Joswiak D., Jurewicz A., Kearsley A. T., Keller L. P., Khodja H., Kilcoyne A. L. D., Kissel J., Krot A., Langenhorst F., Lanzirotti A., Le L., Leshin L. A., Leitner J., Lemelle L., Leroux H., Liu M.-C., Luening K., Lyon I., MacPherson G., Marcus M. A., Marhas K., Marty B., Matrajt G., McKeegan K., Meibom A., Mennella V., Messenger K., Messenger S., Mikouchi T., Mostefaoui S., Nakamura T., Nakano T., Newville M., Nittler L. R., Ohnishi I., Ohsumi K., Okudaira K., Papanastassiou D. A., Palma R., Palumbo M. E., Pepin R. O., Perkins D., Perronnet M., Pianetta P., Rao W., Rietmeijer F. J. M., Robert F., Rost D., Rotundi A., Ryan R., Sandford S. A., Schwandt C. S., See T. H., Schlutter D., Sheffield-Parker J., Simionovici A., Simon S., Sitnitsky I., Snead C. J., Spencer M. K., Stadermann F. J., Steele A., Stephan T., Stroud R., Susini J., Sutton S. R., Suzuki Y., Taheri M., Taylor S., Teslich N., Tomeoka K., Tomioka N., Toppini A., Trigo-Rodríguez J. M., Troadec D., Tsuchiyama A., Tuzzolino A. J., Tylliszczak T., Uesugi K., Velbel M., Vellenga J., Vicenzi E., Vincze L., Warren J., Weber I., Weisberg M., Westphal A. J., Wirick S., Wooden D., Wopenka B., Wozniakiewicz P., Wright I., Yabuta H., Yano H., Young E. D., Zare R. N., Zega T., Ziegler K., Zimmermann L., Zinner E., and Zolensky M. 2006. Comet 81P/Wild 2 under a microscope. *Science* 314:1711–1716.
- Burchell M. J., Fairey S. A. J., Wozniakiewicz P., Brownlee D. E., Hörz F., Kearsley A. T., See T. H., Tsou P., Westphal A., Green S. F., Trigo-Rodríguez J. M., and Dominguez G. 2008. Characteristics of cometary dust tracks in Stardust aerogel and

- laboratory calibrations. *Meteoritics & Planetary Science* 43:23–40.
- Buseck P. R., Nord G. L., and Veblen D. R. 1980. Subsolidus phenomena in pyroxenes. In *Pyroxenes*, edited by Prewitt C. T. Reviews in Mineralogy, vol. 7. Washington, D.C.: Mineralogical Society of America. pp. 117–211.
- Coe R. S. and Kirby S. H. 1975. The orthoenstatite to clinoenstatite transformation by shearing and reversion by annealing: Mechanism and potential applications. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 52:29–55.
- Davidson P. M. and Lindsley D. H. 1985. Thermodynamic analysis of quadrilateral pyroxenes. Part II: Model calibration from experiments and applications to geothermometry. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 91:390–404.
- Hörz F., Bastien R., Borg J., Bradley J. P., Bridges J. C., Brownlee D. E., Burchell M. J., Chi M., Cintala M. J., Dai Z. R., Djouadi Z., Dominguez G., Economou T. E., Fairey S. A. J., Floss C., Franchi I. A., Graham G. A., Green S. F., Heck P., Hoppe P., Huth J., Ishii H., Kearsley A. T., Kissel J., Leitner J., Leroux H., Marhas K., Messenger K., Schwandt C. S., See T. H., Snead C., Stadermann F. J. I., Stephan T., Stroud R., Teslich N., Trigo-Rodríguez J. M., Tuzzolino A. J., Troadec D., Tsou P., Warren J., Westphal A., Wozniakiewicz P., Wright I., and Zinner E. 2006. Impact features on Stardust: Implications for comet 81P/Wild 2 dust. *Science* 314:1716–1719.
- Huebner J. S. 1980. Pyroxene phase at low pressure. In *Pyroxenes*, edited by Prewitt C. T. Reviews in Mineralogy, vol. 7. Washington, D.C.: Mineralogical Society of America. pp. 213–288.
- Ishii H. A., Bradley J. P., Dai Z. R., Chi M., Kearsley A. T., Burchell M. J., Browning N. D., and Molster F. 2008. Comparison of comet 81P/Wild 2 dust with interplanetary dust from comets. *Science* 319:447–450.
- Joswiak D. J., Matrajt G., Brownlee D. E., Westphal A. J., and Snead C. J. 2007. A roeenderite-bearing terminal particle from Stardust track 56: Comparison with rare peralkaline chondrules in ordinary chondrites (abstract #2142). 38th Lunar and Planetary Science Conference. CD-ROM.
- Kirby S. H. and Christie J. M. 1977. Mechanical twinning in diopside $\text{Ca}(\text{Mg,Fe})\text{Si}_2\text{O}_6$: Structural mechanisms and associated crystal defects. *Physics and Chemistry of Minerals* 1:137–163.
- Kitamura M., Yasuda M., Watanabe S., and Morimoto N. 1983. *Earth and Planetary Science Letters* 63:189–201.
- Kohlstedt D. L. and Vander Sande J. B. 1973. Transmission electron microscopy investigation of the defect microstructure of four natural orthopyroxenes. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 42:169–180.
- Langenhorst F., Joreau P., and Doukhan J. C. 1995. Thermal and shock metamorphism of the Tenham chondrite: A TEM examination. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 59:1835–1945.
- Leroux H., Doukhan J. C., and Langenhorst F. 1994. Microstructural defects in experimentally shocked diopside: A TEM characterization. *Physics and Chemistry of Minerals* 20:521–530.
- Leroux H. 2001. Microstructural shock signatures of major minerals in meteorites. *European Journal of Mineralogy* 13:253–272.
- Leroux H., Devouard B., Cordier P., and Guyot F. 2004. Pyroxene microstructure in the Northwest Africa 856 Martian meteorite. *Meteoritics & Planetary Science* 39:711–722.
- Leroux H., Rietmeijer F. J. M., Velbel M. A., Brearley A. J., Jacob D., Langenhorst F., Bridges J. C., Zega T. J., Stroud R. M., Cordier P., Harvey R. P., Lee M., Gounelle M., and Zolensky M. 2008a. A TEM study of thermally modified comet 81P/Wild 2 dust particles by interactions with the aerogel matrix during the Stardust capture process. *Meteoritics & Planetary Science* 43:97–120.
- Leroux H., Jacob D., Stodolna J., Nakamura-Messenger K., and Zolensky M. 2008b. Igneous Ca-rich pyroxene in 81P/Wild 2 comet. *American Mineralogist* 93:1933–1936.
- Lindsley D. H. 1983. Pyroxene Thermometry. *American Mineralogist* 68:477–493.
- Lindsley D. H. and Andersen D. J. 1983. A two-pyroxene thermometer. *Journal of Geophysical Research* 88:A887–A906.
- McCallister R. H. and Nord G. L. 1981. Subcalcic diopsides from kimberlites: Chemistry, exsolution microstructures, and thermal history. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 78:118–125.
- McLaren A. C. and Etheridge M. A. 1976. A transmission electron microscope study of naturally deformed orthopyroxene. *Contributions to Mineralogy and Petrology* 57:163–177.
- Nakamura T., Noguchi T., Tsuchiyama A., Ushikubo T., Kita N. T., Valley J. W., Zolensky M. E., Kakazu Y., Sakamoto K., Mashio E., Uesugi K., and Nakano T. 2008. Chondrule-like objects recovered from short-period comet 81P/Wild 2. *Science* 321:1664–1667.
- Nazé L., Doukhan N., Doukhan J. C., and Latrous K. 1987. A TEM study of lattice defects in naturally and experimentally deformed orthopyroxenes. *Bulletin de Minéralogie* 110:497–512.
- Papike J. J. and Cameron M. 1976. Crystal Chemistry of Silicate Minerals of Geophysical Interest. *Review of Geophysics* 14:37–80.
- Papike J. J. 1996. Pyroxene as a recorder of cumulate formational processes in asteroids, Moon, Mars, Earth: Reading the record with the ion microprobe. *American Mineralogist* 81:525–544.
- Papike J. J., Karnet J. M., and Shearer C. K. 2005. Comparative planetary mineralogy: Valence state partitioning of Cr, Fe, Ti, and V among crystallographic sites in olivine, pyroxene, and spinel from planetary basalts. *American Mineralogist* 90:277–290.
- Roskosz M., Leroux H., and Watson H. C. 2008. Thermal history, partial preservation and sampling bias recorded by Stardust cometary grains during their capture. *Earth and Planetary Science Letters* 273:195–202.
- Ross M. and Huebner J. S. 1979. Temperature-composition relationships between naturally occurring augite, pigeonite, and orthopyroxene at one bar pressure. *American Mineralogist* 64:1133–1155.
- Schmitz S. and Brenker F. 2008. Microstructural indications for protoenstatite precursor of cometary MgSiO_3 pyroxene: A further high temperature component of comet Wild 2. *The Astrophysical Journal* 681:L105–L108.
- Shimobayashi N. and Kitamura M. 1991. Phase transition in Ca-poor clinopyroxenes. *Physics and Chemistry of Minerals* 18:153–160.
- Simon S. B., Joswiak D. J., Ishii H. A., Bradley J. P., Chi M., Grossman L., Aléon J., Brownlee E., Fallon S., Hutcheon I. D., Matrajt G., and McKeegan K. D. 2008. A refractory inclusion returned by Stardust from comet 81P/Wild 2. *Meteoritics & Planetary Science* 43:1861–1877.
- Smyth J. R. 1974. Experimental study of the polymorphism of enstatite. *American Mineralogist* 59:345–352.
- Stephan T., Rost D., Vicenzi E. P., Bullock E. S., MacPherson G. J., Westphal A. J., Snead C. J., Flynn G. J., Sandford S. A., and Zolensky M. 2008. TOF-SIMS analysis of cometary matter in Stardust aerogel tracks. *Meteoritics & Planetary Science* 43:233–246.
- Tomeoka K., Tomioka N., and Ohnishi I. 2008. Silicate minerals and Si-O glass in comet Wild 2 samples: Transmission electron microscopy. *Meteoritics & Planetary Science* 43:273–284.
- Trigo-Rodríguez J. P., Dominguez G., Burchell M. J., Hörz F., and Llorca J. 2008. Bulbous tracks arising from hypervelocity capture in aerogel. *Meteoritics & Planetary Science* 43:75–86.
- Van Duysen J. C., Doukhan N., and Doukhan J. C. 1985. Transmission electron microscope study of dislocations in

- orthopyroxene (Mg,Fe)₂Si₂O₆. *Physics and Chemistry of Minerals* 12:39–44.
- Vincent R. and Midgley P. A. 1994. Double conical beam-rocking system for measurement of integrated electron diffraction intensities. *Ultramicroscopy* 53:271–282.
- Weinbruch S. and Müller W. F. 1995. Constraints on the cooling rates of chondrules from the microstructure of clinopyroxene and plagioclase. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 59:3221–3230.
- Zema M., Tarantino S., Domeneghetti M. C., and Tazzoli V. 2003. Ca in orthopyroxene: Structural variations and kinetics of the disordering process. *European Journal of Mineralogy* 15:373–380.
- Zolensky M. E., Zega T. J., Yano H., Wirick S., Westphal A. J., Weisberg M. K., Weber I., Warren J. L., Velbel M. A., Tsuchiyama A., Tsou P., Toppani A., Tomioka N., Tomeoka K., Teslich N., Taheri M., Susini J., Stroud R., Stephan T., Stadermann F. J., Snead C. J., Simon S. B., Simionovici A., See T. H., Robert F., Rietmeijer F. J. M., Rao W., Perronnet M. C., Papanastassiou D. A., Okudaira K., Ohsumi K., Ohnishi I., Nakamura-Messenger K., Nakamura T., Mostefaoui S., Mikouchi T., Meibom A., Matrajt G., Marcus M. A., Leroux H., Lemelle L., Le L., Lanzirotti A., Langenhorst F., Krot A. N., Keller L. P., Kearsley A. T., Joswiak D., Jacob D., Ishii H., Harvey R., Hagiya K., Grossman L., Grossman J. N., Graham G. A., Gounelle M., Gillet Ph., Genge M. J., Flynn G., Ferroir T., Fallon S., Ebel D. S., Dai Z. R., Cordier P., Clark B., Chi M., Butterworth A. L., Brownlee D. E., Bridges J. C., Brennan S., Brearley A., Bradley J. P., Bleuet P., Bland P. A., and Bastien R. 2006. Mineralogy and petrology of comet 81P/Wild 2 nucleus samples. *Science* 314:1735–1739.
- Zolensky M., Nakamura-Messenger K., Rietmeijer F., Leroux H., Mikouchi T., Ohsumi K., Simon S., Grossman L., Stephan T., Weisberg M., Velbel M., Zega T., Stroud R., Tomeoka K., Ohnishi I., Tomioka N., Nakamura T., Matrajt G., Joswiak D., Brownlee D., Langenhorst F., Krot A., Kearsley A., Ishii H., Graham G., Dai Z. R., Chi M., Bradley J., Hagiya K., Gounelle M., and Bridges J. 2008a. Comparing Wild 2 particles to chondrites and IDPs. *Meteoritics & Planetary Science* 43:261–272.
- Zolensky M., Nakamura-Messenger K., Fletcher L., and See T. 2008b. Curation, spacecraft recovery and preliminary examination for the Stardust mission: A perspective from the curatorial facility. *Meteoritics & Planetary Science* 43:5–21.
-

LETTER

Igneous Ca-rich pyroxene in comet 81P/Wild 2

HUGUES LEROUX,^{1,*} DAMIEN JACOB,¹ JULIEN STODOLNA,¹ KEIKO NAKAMURA-MESSENGER,² AND MICHAEL E. ZOLENSKY²

¹Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide, Université des Sciences et Technologies de Lille and CNRS, UMR 8008, F-59655 Villeneuve d'Ascq, France

²Astromaterials Research and Exploration Science, NASA Johnson Space Center, Houston, Texas 77058, U.S.A.

ABSTRACT

The Stardust spacecraft successfully returned dust from comet 81P/Wild 2 to Earth in January 2006. Preliminary examination of the samples showed abundant crystalline silicates comparable to those found in chondritic meteorites presumably formed in the asteroid belt. Here, we report results of a transmission electron microscopy (TEM) study of a pyroxene-bearing terminal particle, which contains lamellar intergrowths of pigeonite and diopside on the (001) plane. This microstructure is typical for an igneous process and formation by exsolution during cooling. Width and wavelength of the lamellae indicate a cooling rate within the range 10–100 °C/h, in close agreement with those of chondrules or lava from an asteroidal igneous rock. This observation shows that some Stardust material experienced periods of igneous processing similar to material found in the inner early solar system. This implies that igneous materials were common materials in a large region of the protoplanetary disk and were not restricted to the asteroid belt. Their presence in comet Wild 2 also supports the favored view of large radial mixing from the inner to the outer regions before the comet's accretion.

Keywords: Comet dust, electron microscopy, pyroxene, Stardust, phase transformation

INTRODUCTION

Samples returned from the Stardust mission show an unexpectedly high abundance of crystalline materials (Brownlee et al. 2006; Zolensky et al. 2006). Dust from comet Wild 2 therefore differs from anhydrous chondritic interplanetary dust particles (Ishii et al. 2008) that contain abundant amorphous materials, and from interstellar silicates, believed to be dominated by amorphous phases (Kemper et al. 2004). In this context, it is important to identify the process responsible for crystallization of the Stardust materials. Suggested crystallization mechanisms include thermal annealing of amorphous interstellar precursors, direct condensation in hot regions of the solar nebula, or crystallization from a melt during an igneous event such as those that result in chondrule formation or volcanic activity at a planetoid surface. Signatures of crystal formation are recorded in morphology, composition, and microstructure of crystals. Thus, their detailed study can provide better constraints for active processes that occurred in the early solar nebula and refine the understanding of the petrogenetic continuum between asteroids and comets.

Along with the high-temperature minerals, pyroxenes are of special interest because they are useful indicators for thermal and deformational events. In this paper, we use analytical transmission electron microscopy (ATEM) to study the microstructure of a Ca-rich pyroxene in one Wild 2 particle to provide information about its thermal history and the possible origin of the parent Stardust particle.

SAMPLE AND ANALYTICAL PROCEDURE

The studied Wild 2 sample is a terminal particle (grain 2) from track 69, labeled C2072,69,2,2 (Fig. 1). The sample, about 5 µm in diameter, was removed from aerogel, embedded in epoxy and sliced into ~70 nm thick sections with an ultramicrotome at the Johnson Space Center (NASA) (Zolensky et al. 2008). Sections were then transferred to amorphous C-supported Cu TEM grids. The ATEM study was performed using a Philips CM30 (LaB₆ filament) operating at 300 kV and a Tecnai G2-20 twin (LaB₆ filament) operating at 200 kV. Specimens were mounted on a Be low-background double-tilt holder. Microstructural analysis was carried out using conventional bright and dark field imaging. Chemical compositions were measured using energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) with a Thermo Noran Si-detector (CM30) and an EDAX Si(Li)-detector (Tecnai), both having ultrathin windows. For quantitative analyses, calculations of element concentrations and atomic ratios were carried out using calibrated *k*-factors and thin film matrix correction procedures. The absorption correction procedure was based on the principle of electroneutrality (Van Cappellen and Doukhan 1994). The *k*-factors for O and Mg were determined using quartz and forsterite standards by the parameter-less method of Van Cappellen (1990).

RESULTS

The sample in this study does not demonstrate significant thermal alteration caused by the capture process, in contrast to several other Wild 2 particles (Zolensky et al. 2006; Leroux et al. 2008). Only a minor amount of melted material is found at the periphery in contact with compressed aerogel. The sample is dominated by orthopyroxene (enstatite) and minor Ca-rich clinopyroxene, both Fe-poor. Orthopyroxene contains a low density of crystal defects. A few dislocations and planar defects along the (100) plane are observed. The main feature of the diopside grain is an exsolution microstructure, consisting of continuous coherent (001) lamellae, ~7 nm in thickness, with wavelengths from 20 to 30 nm (Fig. 2a). The small thickness

* E-mail: hugues.leroux@univ-lille1.fr

of the lamellae precluded the measurement of their individual compositions and only the average composition of the grain was obtained. Measured average compositions are $\text{En}_{95.8}\text{Wo}_{1.7}\text{Fs}_{2.5}$ for enstatite and $\text{En}_{71.4}\text{Wo}_{25.7}\text{Fs}_{2.9}$ for the Ca-rich component (see Table 1 for details). Selected area electron diffraction patterns (Figs. 2b–2c) confirm two distinct contributions, diopside with space group $C2/c$ and pigeonite with space group $P2_1/c$. These two phases are distinguishable by their different monoclinic lattice angles and a slight difference in their lattice parameters in the 100^* and 001^* directions. Misfit dislocations are not present at the lamellae/host interface.

DISCUSSION

The composition and the exsolution microstructure of the Ca-rich Wild 2 grain are hardly compatible with a formation by condensation or annealing from an amorphous precursor. While exceedingly rapid vapor condensation or rapid decompression (from impact) can result in immiscible glasses (Zolensky and Koeberl 1991), it is difficult to conceive of a situation leading from this to a pyroxene exsolution texture, or vapor condensation scenario that would lead directly to such an exsolution structure (G. Lofgren, personal communication). The microstructure

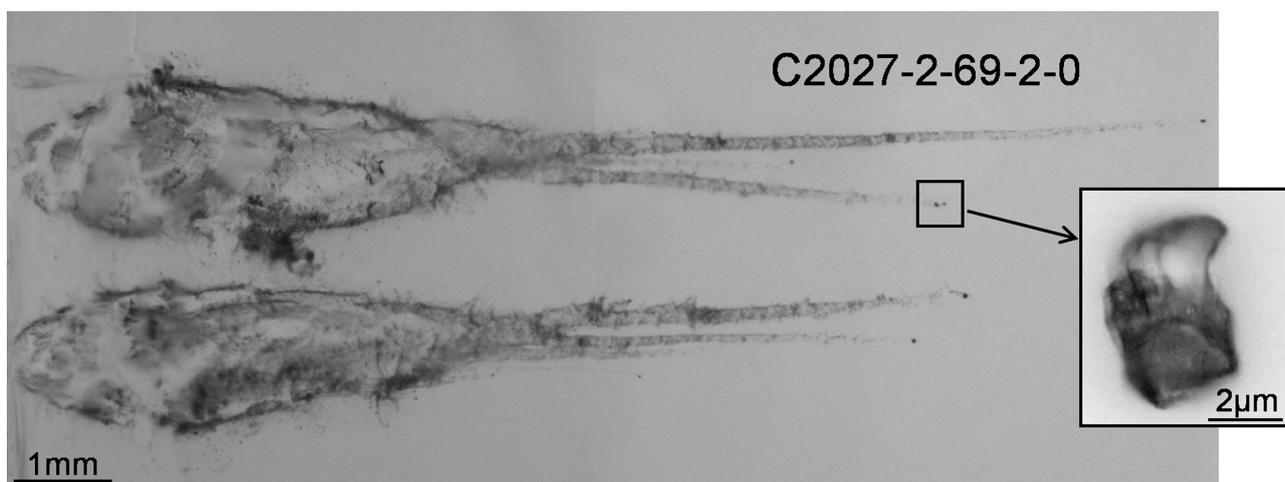


FIGURE 1. Optical micrograph of tracks 32 and 69. Impacting comet dust particles created tracks with various morphologies. Both of these tracks have a bulbous entry region (left side) and are terminated by several carrot-like sub-tracks (right side). The studied grain comes from one of the track termini of track 69. The grain particle has been extracted and prepared for TEM by ultramicrotomy at NASA-JSC.

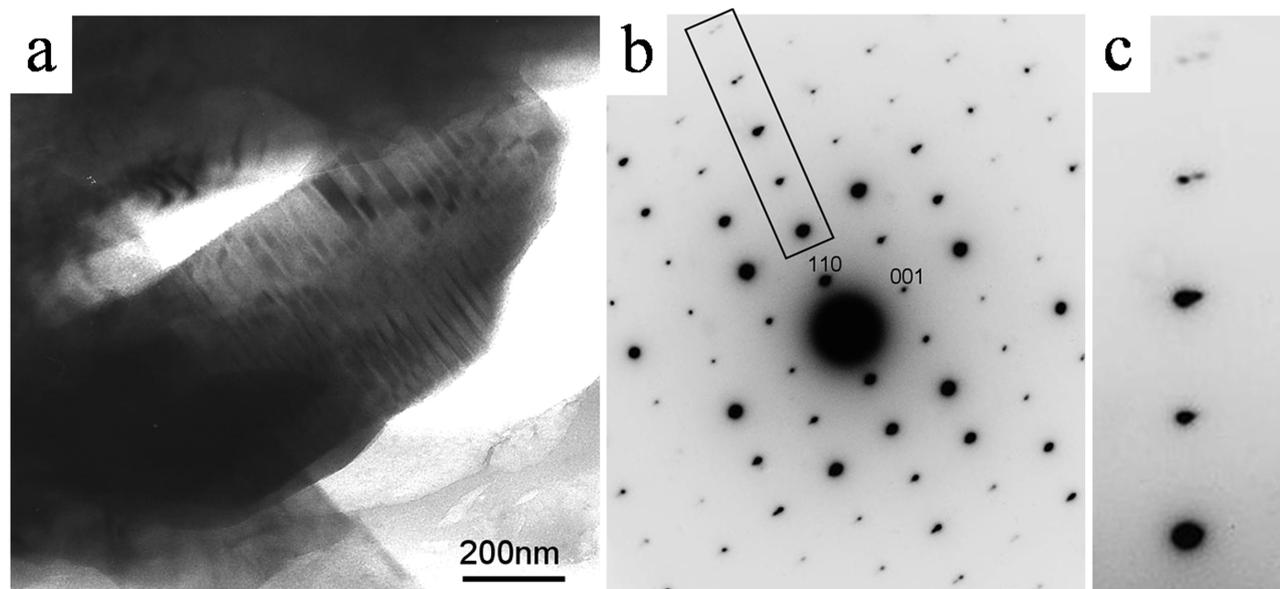


FIGURE 2. (a) TEM bright field image of the Ca-rich grain showing exsolution lamellae in (001). (b) SAED pattern, zone axis $[\bar{1}10]$. The spots show splitting along the $[110]^*$ direction, as better seen on the enlargement on c. This splitting is due to an alternation of Ca-rich and Ca-poor clinopyroxene corresponding to a $\Delta\beta$ of about 3° in the $[100]^*$ direction.

TABLE 1. EDS composition for the pyroxene particle from track 69 (normalized to 60 at% oxygen)

O	Si	Mg	Ca	Al	Ti	Cr	Mn	Fe
Enstatite								
60.0	19.6	19.0	0.33	0.28	0.01	0.27	0.10	0.50
–	(0.1)	(0.1)	(0.04)	(0.04)	(0.01)	(0.02)	(0.03)	(0.04)
Diopside								
60.00	18.6	13.6	4.9	1.4	0.16	0.40	0.24	0.56
–	(0.1)	(0.6)	(0.5)	(0.3)	(0.02)	(0.03)	(0.03)	(0.09)

Note: Estimated standard deviations are given in parentheses.

is fully consistent with crystallization from a FeO-poor melt, pyroxene-like in composition. According to the Mg₂Si₂O₆-CaMgSi₂O₆ binary phase diagram (Fig. 3¹, see also Carlson 1988), the primary crystallization leads to the formation of orthoenstatite and diopside. The bulk composition of the diopside grain includes approximately 32 mol% of CaSiO₃, indicating a temperature of crystallization of 1400 °C. During subsequent cooling, the solubility of enstatite decreases rapidly in Ca-rich compositions while it only slightly increases in the Mg-rich end-member. The primary diopside crystals thus enter a two-phase field, namely pigeonite + diopside. During subsequent cooling, pigeonite is exsolved in the form of coherent lamellae in the (001) plane in a diopside matrix that becomes enriched in Ca. This formation mechanism has been explained as a spinodal-decomposition-like process or coherent nucleation and growth, followed by coarsening (e.g., McCallister and Yund 1977; Grove 1982; Jantzen 1984). In contrast, the adjacent enstatite grains, because of the relatively constant Ca solubility within the range of temperature 1200–1400 °C, do not present an exsolution microstructure on cooling.

Exsolution formation and coarsening in pyroxene is controlled by diffusion, which is a time and temperature-dependent process. The widths of exsolution lamellae can be used to estimate the cooling rate of terrestrial and extraterrestrial rocks (e.g., Champness and Lorimer 1971; Takeda et al. 1975; Lally et al. 1975; Grove 1982; Schwartz and McCallum 2005; Weinbruch and Müller 1995; Weinbruch et al. 2001; Watanabe et al. 1985; McCallister and Nord 1981; Leroux et al. 2004). The development of (001) lamellae first requires an incubation period for the spinodal process or coherent nucleation to be completed, followed by the coarsening process. Lamellae coarsening have been calibrated with isothermal annealing or continuous cooling experiments (Grove 1982; Weinbruch et al. 2001), including experiments at compositions close to those found in this Wild 2 sample (McCallister 1978; Weinbruch et al. 2003, 2006). Coarsening in isothermal growth experiments is described by an empirical equation $\lambda^n(t) - \lambda_0^n = k(t - t_0)$, where k and n are

empirical constants, λ_0 the average initial wavelength at t_0 , $\lambda(t)$ is the wavelength at time t . The exponent factor n is close to 3, indicating a volume diffusion controlled process (Weinbruch et al. 2003). For continuous cooling, the cooling rate can be estimated with a time-temperature transformation (TTT) diagram constructed with isothermal growths (Fig. 4¹, see also Weinbruch et al. 1995). The average wavelength observed in the Wild 2 sample is 25 nm. When plotted in the TTT diagram, this value yields a cooling rate in the range 10–100 °C/h, within the temperature interval 1350–1200 °C. At lower temperature, the diffusion is too slow to account for coarsening. The main coarsening process occurred at $T > 1200$ °C.

The diopside-enstatite phase assemblage, the composition and the exsolution microstructure of the Ca-rich component show that the studied Wild 2 particle experienced an igneous (melting) episode. Before discussing an indigenous origin, it is necessary to know if the capture of the particle in silica aerogel could be responsible for this igneous microstructure. The capture of particles in aerogel has been demonstrated to induce local melting due to the hypervelocity impact at 6.2 km/s in the silica aerogel collectors (Zolensky et al. 2006; Leroux et al. 2008). The melted material has been quenched as a glass mixed with silica glass coming from melted silica aerogel. This easily recognized microstructure is not observed in our sample, except at the periphery of the grain. The cooling rate we deduced in the present study appears to be much lower than the one deduced from the thermal regime associated to the capture (Roskosz et al. 2008), showing that the formation of an exsolution microstructure in pyroxene during the capture is unrealistic. The igneous microstructure is thus indigenous to this particular Wild 2 material itself.

Several causes can be invoked for melt formation in the solar system. They include chondrule formation, volcanic activity at asteroid or planetoid surfaces, and impact melting. Exsolution microstructure in impact melt rocks has never been observed, probably because most material experienced rapid cooling after shock heating. Exsolution in pyroxene occurs frequently in igneous rocks originated from lava of differentiated asteroids or planets with associated cooling rates usually lower than the one we extracted from the Wild 2 Ca-rich particle (e.g., Takeda et al. 1975; Leroux et al. 2004; Schwartz and McCallum 2005). If the Wild 2 particle originated from such an igneous environment, it might be located at the upper part of the lava flow. Exsolution lamellae in Ca-rich pyroxene were also found in an almost Fe-free clinopyroxene in granular olivine-pyroxene chondrules from the Allende CV3 chondrite for which the wavelength of the exsolution lamellae is within the range 25–33 nm (Weinbruch and Müller 1995). This microstructure (and the associated cooling rate) is quite comparable to the one of the studied Ca-rich pyroxene grain and suggests that the studied Wild 2 particle could originate from a fragmented chondrule. Igneous textures or potential chondrule-bearing minerals have been identified in other Wild 2 particles (Zolensky et al. 2006; Joswiak et al. 2007; Nakamura et al. 2008) and suggest that chondrule-like objects are found not only in meteorites but also in bodies assembled at large distances from the inner region of the solar system.

A significant fraction of dust is crystalline in the circumstellar disks of Herbig Ae/Be and T Tauri stars (Waelkens et al. 1996; Van Boekel et al. 2004) and in cometary trails (Crovisier et al.

¹ Deposit item AM-08-058, Figures 3 and 4 (binary phase diagram and a time-temperature transformation diagram). Deposit items are available two ways: For a paper copy contact the Business Office of the Mineralogical Society of America (see inside front cover of recent issue) for price information. For an electronic copy visit the MSA web site at <http://www.minsocam.org>, go to the American Mineralogist Contents, find the table of contents for the specific volume/issue wanted, and then click on the deposit link there.

1997; Wooden 2002). The Stardust sample return of comet Wild 2 provides the unique opportunity to study extraterrestrial material coming from a location other than the asteroid belt, and thus to discuss the ubiquitous occurrence of crystalline silicates in the protoplanetary disk. Diopside-pigeonite exsolution microstructure in a Wild 2 particle demonstrates that igneous material is present, with comparable characteristics to the chondrules from primitive meteorites (Weinbruch and Müller 1995). The occurrence of igneous signatures in comet Wild 2, together with the discovery of calcium-aluminum inclusions (CAIs) (Brownlee et al. 2008), suggest that minerals formed in the inner region of the solar nebula were redistributed by a radial transport mechanism in the protoplanetary disk into the region of comet formation (Brownlee et al. 2006; Zolensky et al. 2006). Alternatively, it could indicate that igneous episodes were not restricted to the inner region and could have occurred at various distances in the protoplanetary disk, including beyond Jupiter. The recent report of a collisionally fragmented large Kuiper Belt object (Brown et al. 2007) demonstrates that fragments of geologically evolved outer solar system bodies were available for incorporation into later-formed comet nuclei.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors thank Jean-François Dhenin for his assistance with the microscopes, M. Roskosz and S. Merkel for constructive discussions. We are thankful for support from CNES (Centre National des Etudes Spatiales) and from the electron microscope facility by European FEDER and region Nord-Pas-de-Calais. M. Zolensky was supported by NASA's Stardust Data Analysis Program. The paper has benefited from extremely helpful and constructive reviews by H.A. Ishii and an anonymous reviewer.

REFERENCES CITED

- Brown, M.E., Barkume, K.M., Ragozzine, D., and Schaller, E.L. (2007) A collisional family of icy objects in the Kuiper belt. *Nature*, 446, 294–296.
- Brownlee, D. and others (2006) Comet 81P/Wild 2 under a microscope. *Science*, 314, 1711–1716.
- Brownlee, D.E., Joswiak, D.J., Matrajt, G., Bradley, J.P., and Ebel, D.S. (2008) Ultra-refractory attogram inclusions in comet dust—First condensates? Proceedings of the 39th Lunar and Planetary Science Conference, p. 1978. Lunar and Planetary Institute, Houston, Texas.
- Carlson, W.D. (1988) Subsolvus phase equilibria on the forsterite-saturated join $Mg_2Si_2O_6$ -CaMgSi_2O_6 at atmospheric pressure. *American Mineralogist*, 73, 232–241.
- Champness, P.E. and Lorimer, G.W. (1971) An electron microscopic study of a lunar pyroxene. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 33, 171–183.
- Crovisier, J., Leech, K., Bockelée-Morvan, D., Brooke, T.Y., Hanner, M.S., Altieri, B., Keller, H.U., and Lellouch, E. (1997) The spectrum of Comet Hale-Bopp (C/1995 01) observed with the Infrared Space Observatory at 2.9 AU from the Sun. *Science*, 275, 1904–1907.
- Grove, T.L. (1982) Use of exsolution lamellae in lunar clinopyroxenes as cooling rate speedometers: An experimental calibration. *American Mineralogist*, 67, 251–268.
- Ishii, H.A., Bradley, J.P., Dai, Z.R., Chi, M., Kearsley, A.T., Burchell, M.J., Brownlee, N.D., and Molster, F. (2008) Comparison of Comet 81P/Wild 2 dust with interplanetary dust from comets. *Science*, 319, 447–450.
- Jantzen, C.M. (1984) On spinodal decomposition in Fe-free pyroxenes. *American Mineralogist*, 69, 277–282.
- Joswiak, D.J., Matrajt, G., Brownlee, D.E., Westphal, A.J., and Snead, C.J. (2007) A Rodderite-Bearing Terminal Particle from Stardust Track 56: Comparison with Rare Peralkaline Chondrules in Ordinary Chondrites. Proceedings of the 38th Lunar and Planetary Science Conference, p. 2142. Lunar and Planetary Institute, Houston, Texas.
- Kemper, F., Vriend, W.J., and Tielens, A.G.G.M. (2004) The absence of crystalline silicates in the diffuse interstellar medium. *The Astrophysical Journal*, 609, 826–837.
- Lally, J.S., Heuer, A.H., Nord Jr., G.L., and Christie, J.M. (1975) Subsolvus reactions in lunar pyroxenes: An electron petrographic study. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 51, 263–281.
- Leroux, H., Devouard, B., Cordier, P., and Guyot, F. (2004) Pyroxene microstructure in the North West Africa 856 Martian meteorite. *Meteoritics and Planetary Science*, 39, 711–722.
- Leroux, H., Rietmeijer, F.J.M., Velbel, M.A., Brearley, A.J., Jacob, D., Langenhorst, F., Bridges, J.C., Zega, T.J., Stroud, R.M., Cordier, P., Harvey, R.P., Lee, M., Gounelle, M., and Zolensky, M. (2008) TEM study of thermally modified Comet 81P/Wild 2 dust particles by interactions with the aerogel matrix during the Stardust capture process. *Meteoritics and Planetary Science*, 43, 97–120.
- McCallister, R.H. (1978) The coarsening kinetics associated with exsolution in an iron-free clinopyroxene. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 65, 327–331.
- McCallister, R.H. and Nord Jr., G.L. (1981) Subcalcic diopsides from kimberlites: Chemistry, exsolution microstructures, and thermal history. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 78, 118–125.
- McCallister, R.H. and Yund, R.A. (1977) Coherent exsolution in Fe-free pyroxenes. *American Mineralogist*, 62, 721–726.
- Nakamura, T., Noguchi, T., Tsuchiyama, A., Ushikubo, T., Kita, N.T., Valley, J.W., Zolensky, M.E., Kakazu, Y., Sakamoto, K., Mashio, E., Uesugi, K., and Nakano, T. (2008) Chondrule-like objects recovered from short-period comet 81P/Wild 2. *Science*, 321, 1664–1667.
- Roskosz, M., Leroux, H., and Watson, H.C. (2008) Thermal history, partial preservation and sampling bias recorded by Stardust cometary grains during their capture. *Earth and Planetary Science Letters*, 273, 195–202.
- Schwartz, J.M. and McCallum, I.S. (2005) Comparative study of equilibrated and unequilibrated eucrites: Subsolvus thermal histories of Haraiya and Pasamonte. *American Mineralogist*, 90, 1871–1886.
- Takeda, H., Miyamoto, M., Ishii, T., and Lofgren, G.E. (1975) Relative cooling rates of mare basalts at the Apollo 12 and 15 sites as estimated from pyroxene exsolution data. Proceedings of the 6th Lunar Science Conference, p. 987–996, Houston, Texas.
- Van Boekel, R. and others (2004) The building blocks of planets within the “terrestrial” region of protoplanetary disks. *Nature*, 432, 479–482.
- Van Cappellen, E. (1990) The parameterless correction method in X-ray microanalysis. *Microscopy Microanalysis Microstructures*, 1, 1–22.
- Van Cappellen, E. and Doukhan, J.C. (1994) Quantitative transmission X-ray microanalysis of ionic compounds. *Ultramicroscopy*, 53, 343–349.
- Waelkens, C. and others (1996) SWS observations of young main-sequence stars with dusty circumstellar disks. *Astronomy and Astrophysics*, 315, L245–L248.
- Watanabe, S., Kitamura, M., and Morimoto, N. (1985) A transmission electron microscope study of pyroxene chondrules in equilibrated L-group chondrites. *Earth and Planetary Science Letters*, 72, 87–98.
- Weinbruch, S. and Müller, W.F. (1995) Constraints on the cooling rates of chondrules from the microstructure of clinopyroxene and plagioclase. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 59, 3221–3230.
- Weinbruch, S., Müller, W.F., and Hewins, R.H. (2001) A transmission electron microscope study of exsolution and coarsening in iron-bearing clinopyroxene from synthetic analogues of chondrules. *Meteoritics and Planetary Science*, 36, 1237–1248.
- Weinbruch, S., Styrso, V., and Müller, W.F. (2003) Exsolution and coarsening in iron-free clinopyroxene during isothermal annealing. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 67, 5071–5082.
- Weinbruch, S., Styrso, V., and Dirsch, T. (2006) The size distribution of exsolution lamellae in iron-free clinopyroxene. *American Mineralogist*, 91, 551–559.
- Wooden, D.H. (2002) Comet grains: Their IR emission and their relation to ISM grains. *Earth, Moon, and Planets*, 89, 247–287.
- Zolensky, M. and Koeberl, C. (1991) Why are blue zhamanshinites blue?: Liquid immiscibility in an impact melt. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 55, 1483–1486.
- Zolensky, M.E. and others (2006) Mineralogy and petrology of comet 81P/Wild 2 nucleus samples. *Science*, 314, 1735–1739.
- Zolensky, M., Nakamura-Messenger, K., Fletcher, L., and See, T. (2008) Curation, spacecraft recovery and preliminary examination for the Stardust Mission: A perspective from the Curatorial Facility. *Meteoritics and Planetary Science*, 43, 5–21.

MANUSCRIPT RECEIVED JUNE 27, 2008

MANUSCRIPT ACCEPTED SEPTEMBER 4, 2008

MANUSCRIPT HANDLED BY BRYAN CHAKOUMAKOS

Etude par Microscopie Electronique en Transmission d'échantillons cométaires de la mission Stardust.

Les comètes se sont formées dans des régions froides du disque protoplanétaire. Elles sont considérées comme porteuses du matériau le plus primitif du système solaire, témoin de la composition et des conditions physico-chimiques de la nébuleuse en formation.

L'objectif de cette thèse est de caractériser des échantillons de la comète Wild2 rapportés sur Terre en 2006 par la mission spatiale Stardust de la NASA. Une centaine de picogramme de matière a été analysée en microscopie électronique en transmission. L'étude de la minéralogie des particules nous renseigne sur les conditions de formation des constituants et sur leur évolution. Il s'agit également de décrypter dans les microstructures observées les effets associés à la collecte du matériau cométaire.

Nous avons caractérisé deux familles de grains, l'une étant constituée de gros cristaux (5-10 μm en moyenne), principalement des silicates, bien préservés par la collecte. La composition chimique des grains ainsi que leur microstructure se révèlent très variées. L'autre famille est constituée de matière à grains fins (<500 nm) ayant subi de fortes interactions avec l'aérogel de silice utilisé pour la capture des particules. Une méthodologie particulière a été mise en place pour comprendre les mécanismes de modifications associés à la collecte. Il nous a été ensuite possible de déduire des observations les propriétés initiales des particules. On montre alors que les poussières cométaires étaient composées à l'origine d'un assemblage de grains relativement gros, cimentés entre eux par une matrice à grains fins d'une composition typique des objets très primitifs observés dans certaines météorites chondritiques.

Transmission Electron Microscopy study of cometary samples from the Stardust mission.

Cometary dust particles are believed to be relics of the primitive material of the early solar system. This material is now available for studies in the laboratories since the Stardust mission (NASA) brought to Earth samples from the comet 81P/Wild 2.

The aim of this PhD work is to characterize Wild2 samples by TEM. Approximately one hundred picograms of cometary material have been studied. The mineralogy gives information about the formation and evolution conditions of the grains in order to reconstruct their histories. The aim is also to characterize the thermal induced modification due of the collect into the silica aerogel under hypervelocity conditions.

We have characterized two categories of grains. The first consists of relatively large grains (5-10 μm in average), mainly well preserved silicates. These silicates display a wide range of compositions and microstructures. The second category consists of fine grain material (<500nm). The microstructure is characteristic of thermally modified particles that have suffered strong interaction with the silica aerogel during the hypervelocity impact. A specific method has been developed to quantify the data and to understand the physical and chemical mechanisms that occurred during the deceleration into aerogel. This fine grain material has a composition close to solar abundance, showing that it did not been chemically fractionated in the protoplanetary disk before the incorporation on comet Wild2. We deduce that cometary material is made of an assemblage of relatively large grains stick together by a fine grained material with the characteristic composition of the most primitive material found into the chondritic meteorites.