

50376
1970
1

50.376
1970
1

UNIVERSITÉ DE LILLE
FACULTÉ DES SCIENCES

THÈSE DE 3^e CYCLE
MENTION PHYSIQUE DU SOLIDE

Étude en microscopie électronique
des défauts d'ordre dans un alliage possédant
une surstructure à longue période : $\text{Ag}_3 \text{Mg}$



Membres du Jury : M. FOURET	Président
M. SAADA	Rapporteur
M. BEAUFILS	Examineur
M. AMELINCKX	Invité
M. DELAVIGNETTE	Invité

Présentée à Lille, le 28 Janvier 1970

par

Guy VANDERSCHAEVE

DOYENS HONORAIRES

MM. H. LEFEBVRE - PARREAU

PROFESSEURS HONORAIRES

MM. ARNOULT, BEGHIN, BROCHARD, CAU, CHAPPELON, CHAUDRON, DEHEUVELS, DEHORNE, DOLLE, FLEURY, P. GERMAIN, KAMPE DE FERIET, KOURGANOFF, LAMOTTE, LELONG, Mme LELONG, MM. MAZET, MICHEL, NORMANT, PARISELLE, PASCAL, PAUTHENIER, ROIG, ROSEAU, ROUBINE, ROUELLE, WIEMAN, ZAMANSKY, CORDONNIER.

PROFESSEURS TITULAIRES

M. BACCHUS Pierre	Astronomie et Calcul numérique
M. BEAUFILS Jean Pierre	Chimie Générale
M. BLOCH Vincent	Psychophysiologie
M. BONNEMAN Pierre	Chimie Industrielle
M. BONTE Antoine	Géologie Appliquée
M. BOUGHON Pierre	Mathématiques
M. BOURIQUET Robert	Biologie Végétale
M. CORSIN Pierre	Paléobotanique
M. DECUYPER Marcel	Mathématiques
M. DEFRETIN René (Doyen)	Directeur du Laboratoire de Biologie Maritime de Wimereux
M. DELATTRE Charles	Géologie Générale
M. DURCHON Maurice	Biologie Animale
M. FOURET René	Physique
M. GABILLARD Robert	Electronique
M. GLACET Charles	Chimie Organique
M. GONTIER Gérard	Mécanique des Fluides
M. HEUBEL Joseph	Chimie Minérale
M. MONTREUIL Jean	Chimie Biologique
M. PHAM MAU QUAN	Mathématiques
Mme SCHWARTZ Marie Hélène	Mathématiques
M. TILLIEU Jacques	Physique
M. TRIDOT Gabriel	Chimie Minérale Appliquée E.N.S.C.L.
M. VIDAL Pierre	Automatique
M. VIVIER Emile	Biologie Animale
M. WATERLOT Gérard	Géologie et Minéralogie
M. WERTHEIMER Raymond	Physique

PROFESSEURS A TITRE PERSONNEL

M. BENABOU Jean	Mathématiques
M. LUCQUIN Michel	Chimie Physique
M. PARREAU Michel	Mathématiques
M. SAVARD Jean	Chimie Générale
M. SCHALLER François	Biologie Animale
M. SCHILTZ René	Physique
M. LEBRUN André	E.E.A.

.../...

PROFESSEURS SANS CHAIRE

M. BELLET Jean	Physique
M. BODART Marcel	Biologie Végétale
M. BOUISSET Simon	Physiologie Animale
M. BUI TRONG LIEU	Mathématiques
M. CELET Paul	Géologie Générale
M. CONSTANT Eugène	Electronique
M. DELHAYE Michel	Chimie Physique et Minérale 1er Cycle
M. DERCOURT Jean Michel	Géologie et Minéralogie
M. DEVRAINE Pierre	Chimie Minérale
M. GUILLAUME Jean	Biologie Végétale
Mme LENOBLE Jacqueline	Physique
M. LINDER Robert	Biologie Végétale
Mle MARQUET Simone	Mathématiques
M. MONTARIOL Frédéric	Chimie Minérale Appliquée
M. PROUVOST Jean	Géologie et Minéralogie
M. VAILLANT Jean	Mathématiques

PROFESSEUR ASSOCIE

M. DEDECKER Paul	Mathématiques
------------------	---------------

MAITRES DE CONFERENCES

M. AUBIN Thierry	Mathématiques Pures
M. BEGUIN Paul	Mécanique des Fluides
M. BILLARD Jean	Physique
M. BKUCHE Rudolphe	Mathématiques
M. BOILLET Pierre	Physique
M. BOILLY Bénoni	Biologie Animale
M. BONNOT Ernest	Biologie Végétale
M. CAPURON Alfred	Biologie Animale
M. CARREZ Christian	Calcul Numérique
M. CORTOIS Jean	Physique
M. COULON Jean	Electrotechnique
Mme DRAN Raymonde	Chimie Organique
M. DRIEUX Baudoin	Calcul Numérique
M. GOUDMAND Pierre	Chimie Physique
M. GRUSON Laurent	Mathématiques
M. GUILBAULT Pierre	Physiologie Animale
M. HUARD DE LA MARRE Pierre	Calcul Numérique
M. JOLY	Biologie Animale
Mle KOSMANN Yvette	Mathématiques
M. LABLACHE COMBIER Alain	Chimie Générale
M. LACOSTE Louis	Biologie Végétale
M. LANDAIS Jean	Chimie Organique
M. LAURENT François	Automatique
M. LEHMANN Daniel	Mathématiques
Mme LEHMANN Josiane	Mathématiques
M. LOUCHEUX Claude	Chimie Physique
M. MAES Serge	Physique
M. MAIZIERES Christian	Automatique
M. MESSELYN Jean	Physique
M. MONSIGNY Michel	Chimie Biologique

.../...

M. MONTEL Marc	Physique
M. PANET Marius	Electrotechnique
M. PONSOLLE	Chimie
M. PARSY Fernand	Mécanique des Fluides
M. ROUSSEAU Jean Paul	Physiologie Animale
M. SAADA Georges	Physique
M. RACZY	Radioélectrique
M. SALMER Georges	Electronique
M. SMET Pierre	Physique
Mme ZINN JUSTIN Nicole	Mathématiques
M. ROY Jean Claude	Psychophysiologie

à ma femme

Ce travail a été effectué au laboratoire de Défauts dans les Solides de la Faculté des Sciences de Lille sous la direction de Monsieur le Professeur SAADA, à qui je tiens à exprimer toute ma gratitude.

Je remercie Monsieur le Professeur FOURET qui a bien voulu me faire l'honneur de présider le jury et Monsieur le Professeur BEUFILS qui a accepté d'en être membre.

Je remercie également Monsieur le Professeur AMELINCKX et Monsieur DELAVIGNETTE de l'accueil qu'ils m'ont réservé lors de mes différents séjours au CEN de Mol et de l'intérêt qu'ils ont manifesté tout au long de cette étude.

Je ne saurais oublier toute l'équipe du laboratoire dont l'amitié m'a aidé à mener à bien ce travail.

Enfin, je remercie le Centre de Carboléochimie de la Faculté des Sciences de Lille qui m'a permis d'utiliser son microscope électronique.

SOMMAIRE

I - INTRODUCTION

II- GENERALITES

II - 1) Diagramme de phase et structure de l'alliage Ag₃ Mg

II - 2) Réseau réciproque

II - 3) Stabilisation des surstructures à longue période

II - 3) 1. Introduction

II - 3) 2. Théorie de Sato et Toth

III - CRISTALLOGRAPHIE DES DEFAUTS D'ORDRE

III - 1) Définitions

III - 2) Macles d'ordre

III - 3) Parois d'antiphase

III - 4) Interactions entre macle d'ordre et parois d'antiphase

IV - ETUDE THEORIQUE DU CONTRASTE DÛ AUX DEFAUTS D'ORDRE EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE PAR TRANSMISSION

IV - 1) Introduction

IV - 2) Macles d'ordre

IV - 2) 1. Réflexions de surstructure ou satellites

IV - 2) 2. Réflexions fondamentales

IV - 3) Parois d'antiphase

V - ETUDE EXPERIMENTALE

V - 1) Préparation des échantillons et traitements thermiques

V - 2) Observation des défauts d'ordre au microscope électronique

V - 3) Influence des parois de macle d'ordre sur la résolution directe du réseau

VI - CONCLUSION

ANNEXES :

A - Facteur de structure et distance d'extinction

B - Géométrie de la diffraction d'une structure maclée

B - 1) Cas particulier du plan de macle parallèle au faisceau

B - 2) Cas général du plan de macle orienté au hasard

C - Notations utilisées en théorie du contraste

D - Effets de diffraction dus aux macles d'ordre.

I - INTRODUCTION

Une solution solide de substitution se présente souvent sous une forme désordonnée où les différents atomes se répartissent au hasard sur les sites du réseau. Dans certains systèmes, on observe cependant, en dessous d'une température critique et au voisinage de compositions atomiques bien définies (AB , A_3B , etc...) que chaque type d'atome occupe préférentiellement un site particulier du réseau, de façon à former une configuration ordonnée, appelée surstructure.

La structure ordonnée possède en général une symétrie d'ordre inférieur à celle de la structure désordonnée, et, au cours des traitements thermiques qui provoquent la transformation désordre-ordre, se forment des défauts, propres à la surstructure, dont le comportement influence les propriétés mécaniques, électriques et thermodynamiques de l'alliage. Parmi les différentes techniques mises en oeuvre pour l'examen de ces défauts, la microscopie électronique s'est révélée particulièrement intéressante et il existe dans la littérature de nombreux articles consacrés à ce sujet {1, 2, 3}.

Si un certain nombre de surstructures peut se décrire à partir d'une maille élémentaire relativement simple et possédant un petit nombre d'atomes, il existe des surstructures dites à longue période, dont la maille élémentaire contient un grand nombre d'atomes et qui peut être décrite à partir d'une maille plus petite en considérant un arrangement périodique de défauts plans et il n'existe, à notre connaissance, aucune étude détaillée sur les défauts de structure dans ce type d'alliage. Dans le but d'étudier l'influence du comportement des défauts sur les propriétés mécaniques d'un tel alliage, nous nous sommes préalablement attachés à définir les imperfections - que nous appellerons défauts d'ordre- créées au cours de la transformation désordre-ordre dans l'alliage Ag_3Mg afin de bien connaître l'état de nos échantillons avant les essais de traction.

Le but de ce travail est de montrer comment l'examen au microscope électronique nous a permis de préciser la nature de ces défauts d'ordre. Bien que, dans la pratique, on s'efforce de déterminer la géométrie des imperfections à partir des micrographies, nous avons cru nécessaire, pour la clarté de cet exposé, de le présenter différemment.

Après avoir, au chapitre II, rappelé les travaux de divers auteurs relatifs au diagramme de phase et à la structure de l'alliage Ag_3Mg , et donné les grandes lignes de la théorie de Sato et Toth pour la stabilisation des surstructures à longue période, nous montrerons au chapitre III, à partir de consi-

dérations cristallographiques, que les processus d'ordre dans cet alliage peuvent donner naissance à deux classes différentes d'interface : macles d'ordre et parois d'antiphase, dont la géométrie et l'interaction seront étudiées. Les différents types de contraste auxquels on peut s'attendre en microscopie électronique seront discutés au chapitre IV sur la base de la théorie dynamique à deux faisceaux et les observations seront présentées au chapitre V dans le cadre de l'étude expérimentale.

II - 1) DIAGRAMME DE PHASE ET STRUCTURE DE L'ALLIAGE Ag₃Mg

Si l'existence d'une transformation ordre-désordre à l'intérieur de la phase α de l'alliage argent-magnésium pour une concentration atomique voisine de 25 % de magnésium était connue depuis 1950 grâce aux travaux de Clarebrough et Nicholas {4}, il a fallu attendre les travaux de Schubert et coll. aux rayons X en 1955 {5} et ceux de Fujiwara et coll. en diffraction électronique en 1958 {6} pour connaître la structure exacte de la phase ordonnée α' . Les travaux plus récents de Gangulee et Bever {7} ont précisé la forme du diagramme de phase que nous reproduisons figure 1.

La maille élémentaire de l'alliage Ag₃Mg dans sa phase ordonnée est du type DO₂₃. Elle peut se déduire de la maille L 1₂ (maille cubique à faces centrées possédant un atome de magnésium au sommet du cube, et un atome d'argent au centre de chaque face) par un déplacement de vecteur $\frac{1}{2}(\vec{a}_2 + \vec{a}_3)$ tous les deux plans (100) {5}, {6}. La structure peut donc être décrite à l'aide d'une maille élémentaire quadratique contenant 16 atomes (figure 2) dont les vecteurs de base \vec{a}'_1 , \vec{a}'_2 et \vec{a}'_3 se déduisent des vecteurs de base \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{a}_3 de la maille L 1₂ à l'aide des relations :

$$\begin{aligned}\vec{a}'_1 &\approx 4 \vec{a}_1 \\ \vec{a}'_2 &= \vec{a}_2 \\ \vec{a}'_3 &= \vec{a}_3\end{aligned}\quad (2.1)$$

Le rapport $\frac{a'_1}{4a_1}$ varie entre 1,0000 et 1,0055 selon la composition, la distorsion n'étant appréciable que pour une concentration atomique supérieure à 26 % de magnésium ; le côté a du cube mesure environ 4,11 Å, cette valeur variant peu avec la composition.

II - 2) RESEAU RECIPROQUE

La maille élémentaire du réseau réciproque est elle aussi quadratique et ses vecteurs de base \vec{a}'_1^* , \vec{a}'_2^* , \vec{a}'_3^* sont parallèles aux vecteurs de base \vec{a}'_1 , \vec{a}'_2 et \vec{a}'_3 du réseau direct (le signe * est employé dans les notations relatives au réseau réciproque). Nous avons alors :

$$\begin{aligned} |\vec{a}'_1^*| &= \frac{1}{|\vec{a}'_1|} \approx \frac{1}{4a} \\ |\vec{a}'_2^*| &= \frac{1}{|\vec{a}'_2|} = \frac{1}{a} \\ |\vec{a}'_3^*| &= \frac{1}{|\vec{a}'_3|} = \frac{1}{a} \end{aligned} \quad (2 - 2)$$

Le facteur de structure est calculé en annexe A. Dans tout ce qui suit, les symboles primés se réfèrent à la notation quadratique et les symboles non primés à la notation cubique à faces centrées ; on a évidemment :

$$\begin{aligned} h' &= 4h \\ k' &= k \\ l' &= l \end{aligned} \quad (2 - 3)$$

Nous savons que la formation d'une structure ordonnée du type $L1_2$ se traduit dans le diagramme de diffraction par l'apparition de réflexions d'indices h, k, l mixtes, qui sont normalement interdites pour la structure désordonnée cubique à faces centrées et que l'on appelle réflexions de surstructure $\{1, 2, 3\}$. La présence de parois d'antiphase périodiques sépare donc la tache de surstructure $(h \ k \ l)$ avec $k + l$ impair en deux taches que nous appellerons satellites, d'indices $(h \pm \frac{1}{4} k \ l)$ soit $(h' \pm 1 \ k' \ l')$, la séparation étant perpendiculaire aux plans d'antiphase ; les réflexions fondamentales et les autres réflexions de surstructure ne sont pas affectées par la présence de ces parois périodiques.

Nous pouvons alors construire le réseau réciproque (figure 3) ; la figure 4 représente le diagramme de diffraction d'un domaine ordonné, le faisceau d'électrons étant approximativement selon $[001]$.

II - 3) STABILISATION DES SURSTRUCTURES A LONGUE PERIODE

II - 3) 1. Introduction

La formation de structures ordonnées est habituellement décrite en ne considérant que des interactions entre atomes en position de premiers voisins. D'après ce modèle, l'énergie potentielle d'un alliage binaire dont

les constituants sont A et B peut s'écrire :

$$E = (N_{AA} v_{AA} + N_{AB} v_{AB} + N_{BB} v_{BB}) \quad (2 - 4)$$

où N_{ij} ($i, j = A$ ou B) est le nombre de liaisons entre proches voisins i et j .

v_{ij} est l'énergie potentielle de la paire ij .

$$\text{Si } v = v_{AB} - \frac{1}{2} (v_{AA} + v_{BB}) \quad (2 - 5)$$

est négatif, l'alliage aura tendance à former le plus grand nombre possible de paires AB et donc à s'ordonner. Bien que ce modèle soit en accord avec un certain nombre de données expérimentales, il ne peut servir de base générale à l'étude de la formation des surstructures, un contre exemple très général étant fourni par l'existence de surstructures à longue période où il est nécessaire de considérer une interaction à grande distance.

II - 3) 2. Théorie de Sato et Toth {8}

Sato et Toth considèrent que la minimisation de l'énergie interne du cristal est due à une diminution de l'énergie cinétique des électrons. Leur théorie est en fait une extension des idées de Jones {9, 10} qui remarque que l'énergie cinétique des électrons est minimale quand la surface de Fermi est tangente à une limite de zone de Brillouin. L'alliage aura donc tendance à adopter une structure telle que l'énergie cinétique des électrons soit minimale. De la même façon, Sato et Toth, remarquant que la formation d'une surstructure à longue période implique la présence de limites de zone de Brillouin supplémentaires, considèrent que la stabilisation de cette structure se fait selon le même mécanisme. La forme de la surface de Fermi étant liée au nombre d'électrons de valence par atome du cristal (soit $\frac{e}{a}$), ils donnent entre la périodicité des antiphases, M , et $\frac{e}{a}$, la relation suivante qui est en accord avec l'expérience :

$$\frac{e}{a} = \frac{M}{12t^3} \left(2 \pm \frac{1}{M} + \frac{1}{4M^2} \right)^{3/2} \quad (2 - 6)$$

où t est un paramètre qui tient compte de la non sphéricité de la surface de Fermi.

III - CRISTALLOGRAPHIE DES DEFAUTS D'ORDRE

III - 1) DEFINITIONS

Toute imperfection du cristal ordonné qui disparaît lors du passage à l'état désordonné est appelée défaut d'ordre. Les défauts d'ordre que nous étudierons sont créés au cours des traitements thermiques par coalescence de germes ordonnés ; ce sont des défauts plans : parois de macles et parois d'antiphase qui limitent des domaines ordonnés.

III - 2) MACLES D'ORDRE

Etant donnée la symétrie cubique du réseau désordonné, les parois d'antiphase périodiques peuvent, dans deux germes voisins, être situées dans deux plans $\{100\}_{cfc}$ différents et il s'agit de déterminer le type d'interface entre deux régions à "superpériodes" d'orientations différentes.

La figure 6 est un diagramme de diffraction que l'on obtient couramment dans l'étude des surstructures à longue période. C'est une section $\{100\}^*$ du réseau réciproque représenté figure 5 qui correspond à la superposition des trois orientations possibles de la superpériode. Il est facile de voir que la figure 6 se déduit de la figure 4 par maclage sur les différents plans $\{110\}_{cfc}$. Remarquons que les réflexions fondamentales sont communes aux différentes parties du cristal alors que chaque réflexion de surstructure ou satellite correspond à des domaines d'orientation déterminée ; la technique de champ noir, qui consiste à sélectionner à l'aide du diaphragme de contraste une onde diffractée sera donc particulièrement utile dans l'étude de cette structure maclée : une image en champ noir réalisée à l'aide d'une tache satellite ou de surstructure ne présentera un contraste que pour les domaines où les parois d'antiphase périodiques sont dans l'orientation correspondante. La construction du diagramme de diffraction d'une structure maclée est rappelée en annexe B.

Les différentes parties du cristal sont donc en fait symétriques par rapport à un plan de macle cohérente du type $\{110\}_{cfc}$. Il y aura cependant une légère désorientation du réseau commun de part et d'autre de l'interface pour une concentration atomique de magnésium supérieure à 26 %. (Figure 7).

Remarquons que, contrairement aux résultats de Fujiwara et ses collaborateurs {6}, qui travaillaient sur des lames minces préparées par épitaxie, nous observons des réflexions satellites interdites autour des réflexions fondamentales, aussi bien dans le cas d'un domaine totalement ordonné (figure 4) que dans le cas de la superposition des trois orientations possibles (figure 6). L'origine de ces réflexions satellites n'est pas très bien définie. Dans le cas

du Cu Au, Glossop et Pashley {11} l'attribuent à un phénomène de double diffraction, alors que Ogawa et ses collaborateurs {12} pensent qu'elles sont dues à une variation périodique de la structure.

III - 3) PAROIS D'ANTIPHASE

Une paroi séparant deux parties du cristal est appelée paroi d'antiphase quand ces deux parties se déduisent l'une de l'autre par une translation qui est une période du réseau fondamental cubique à faces centrées, mais non une période de la surstructure. La direction de la superpériode est la même dans les deux parties.

Du fait de la symétrie quadratique, les plans $\{100\}_{cfc}$ ne sont plus tous équivalents et nous devons distinguer deux cas, selon que la translation (que nous appellerons vecteur d'antiphase) se trouve ou non dans le plan des parois périodiques.

La première situation est décrite à l'aide d'un vecteur d'antiphase du type $\vec{R}'_1 = \frac{1}{2} (\pm \vec{a}_2 \pm \vec{a}_3)$ ce qui provoque une modification de la séquence des parois "périodiques" (figure 8 a). La seconde situation est décrite à l'aide d'un vecteur d'antiphase du type :

$\vec{R}'_2 = (\pm \frac{n}{8} \vec{a}'_1 \pm \frac{m}{2} \vec{a}'_2) = (\pm \frac{n}{2} \vec{a}_1 \pm \frac{m}{2} \vec{a}_2)$ avec $0 < n < 8$ et $m = 0$ si n est pair ; $m = 1$ si n est impair ; dans ces conditions $\frac{n+m}{2} \vec{a}_2$ est une translation du réseau et ce vecteur peut s'écrire :

$$\vec{R}'_2 = \frac{n}{2} (\pm \vec{a}_1 \pm \vec{a}_2)$$

Ces déplacements provoquent un décalage des parois d'antiphase périodiques (figure 8 b) sauf dans le cas où $\vec{R}'_2 = 2(\vec{a}_1 + \vec{a}_2)$. Il est évident que le vecteur $\vec{R}'_3 = \frac{n}{2} (\pm \vec{a}_1 \pm \vec{a}_3)$ qui se déduit de \vec{R}'_2 en tenant compte de la symétrie quadratique est aussi un vecteur d'antiphase.

III - 4) INTERACTIONS ENTRE MACLES D'ORDRE ET PAROIS D'ANTIPHASE

L'existence de parois d'antiphase est dans certains cas une conséquence de l'existence de macles d'ordre :

En effet, les parois de macle entre une région à superpériode dans la direction $[100]$ et un domaine à superpériode selon $[001]$ sont situées dans les plans (101) et $(10\bar{1})$. La combinaison de ces deux plans de macle peut donner naissance à une paroi d'antiphase dans l'une des régions (figure 9) : Les régions II_a et II_b symétriques de la région I par rapport aux plans $(10\bar{1})$ et (101) , respectivement, se déduisent l'une de l'autre à l'aide d'un vecteur de translation partiel de la surstructure. Cette paroi d'antiphase est créée au cours de la transformation désordre ordre quand les germes II_a et II_b en position de macle par rapport à I se rejoignent.

IV - ETUDE THEORIQUE DU CONTRASTE DÛ AUX DEFAUTS D'ORDRE EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE PAR TRANSMISSION

IV - 1) INTRODUCTION

Considérons une situation analogue à celle de la figure 10. Un défaut incliné dont le plan fait l'angle β avec les faces de la lame mince sépare les parties (I) et (II) du cristal. L'origine 0 est choisie à l'intersection du défaut et de la face d'entrée de la lame. Chacune des deux parties est caractérisée par les paramètres $s_i, t_i, \tau_i^{(*)}$. Les vecteurs de diffraction actifs dans chacune des deux parties, \vec{g}_1 et \vec{g}_2 peuvent être légèrement différents et nous poserons $\Delta\vec{g} = \vec{g}_1 - \vec{g}_2$ (4 - 1)

Dans l'étude de la diffraction des électrons par un cristal possédant un défaut plan, on considère que chacune des deux parties est un cristal parfait et la théorie dynamique à deux faisceaux montre que les amplitudes des ondes transmise (T) et diffractée (S) sont données par la relation matricielle:

$$\begin{pmatrix} T \\ S \end{pmatrix} = M_2 A M_1 \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (4 - 2)$$

où $M_j = \begin{pmatrix} T_j & S_j \\ S_j & T_j \end{pmatrix}$ est la matrice de transmission pour un cristal parfait.

$$A = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & \exp i (\alpha - 2 \Pi \Delta\vec{g} \cdot \vec{r}_1) \end{pmatrix} \text{représente l'effet de l'interface.}$$

La relation (4 - 2) nous permet de calculer les intensités transmise $I_t = TT^*$ et diffractée $I_s = SS^*$. Les calculs sont longs et fastidieux et nous ne donnerons pas les expressions générales qui peuvent être trouvées dans la littérature {13}. Nous nous attacherons surtout à définir les propriétés de symétrie de l'image dans les cas particuliers étudiés.

IV - 2) MACLES D'ORDRE

Nous avons déjà vu au chapitre précédent que les réflexions fondamentales opèrent simultanément de part et d'autre de l'interface, alors que pour les réflexions satellites ou de surstructure, une seule partie du cristal est en position de Bragg. Il faut donc s'attendre à deux types différents de contraste selon la réflexion active considérée.

IV - 2) 1. Réflexions de surstructure ou satellites

Examinons tout d'abord le cas où l'onde qui participe à la forma-

(*) Les diverses notations employées sont rappelées en annexe C.

tion de l'image correspond à une réflexion satellite ou de surstructure. Une des deux parties du cristal (la partie II par exemple) n'est pas en position de Bragg et le système (4 - 2) se réduit à :

$$\begin{pmatrix} T \\ S \end{pmatrix} = M_1 \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (4 - 3)$$

ce qui donne :

$$T = \frac{1}{\sigma_1 t_1} \cos (\Pi \sigma_1 z_1 + 2 i \phi_1) \quad (4-4-a)$$

$$S = \frac{i}{\sigma_1 t_1} \sin \Pi \sigma_1 z_1 \quad (4-4-b)$$

ce qui donne pour les intensités, si on ne tient pas compte du facteur d'atténuation décrivant l'absorption normale [19]

$$I_t = \left(\operatorname{ch} \Pi \sigma_{1i} z_1 + \frac{s}{\sigma_{1r}} \operatorname{sh} \Pi \sigma_{1i} z_1 \right)^2 - \frac{1}{\sigma_{1r}^2 t_1^2} \sin^2 \Pi \sigma_{1r} z_1 \quad (4-5-a)$$

$$I_s = \frac{1}{\sigma_{1r}^2 t_1^2} \left(\sin^2 \Pi \sigma_{1r} z_1 + \operatorname{sh}^2 \Pi \sigma_{1i} z_1 \right) \quad (4-5-b)$$

Nous aurons donc sur l'image une variation pseudo-périodique de l'intensité en fonction de z_1 . Pour un défaut incliné, la situation est analogue à celle d'une lame mince en forme de dièdre et nous aurons sur l'image un système de franges d'égale épaisseur. La distance interfrange est :

$$t_1 (1 + s_1 t_1)^{-1/2} \cotg \beta$$

IV - 2) 2. Réflexions fondamentales

Les réflexions fondamentales sont communes aux deux parties du cristal. Cependant, compte tenu de la légère désorientation du réseau de part et d'autre de l'interface, les vecteurs de diffraction actifs sont légèrement différents de part et d'autre de l'interface (figure 11), sauf si les plans réflecteurs sont parallèles au plan de macle.

$\vec{\Delta g}$ est perpendiculaire à l'interface. En effet, si $\vec{\ell}$ est un vecteur du réseau direct contenu dans le plan de macle (donc commun aux deux parties), $\vec{g}_1 \cdot \vec{\ell}$ et $\vec{g}_2 \cdot \vec{\ell}$ sont des entiers et \vec{g}_1 et \vec{g}_2 diffèrent si peu en module et en direction, que l'on a nécessairement :

$$(\vec{g}_1 - \vec{g}_2) \cdot \vec{\ell} = 0 \quad (4 - 6)$$

Avec le choix d'origine que nous avons fait, nous aurons donc $\vec{\Delta g} \cdot \vec{r}_1 = 0$. De plus, le calcul fait en annexe D montre que les facteurs de structure relatifs aux réflexions opérant de part et d'autre de l'interface sont identiques : les

coefficients de Fourier du potentiel sont donc égaux en module et il n'y a pas de déphasage ; on aura donc :

$$\alpha = 0 \quad t_1 = t_2 = t \quad \tau_1 = \tau_2 = \tau$$

Le paramètre qui caractérise ce type de défaut sera donc :

$$\delta = t(s_1' - s_2)$$

Le système (4-2) se réduit donc à :

$$\begin{pmatrix} T \\ S \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} T_2 & S_2^- \\ S_2 & T_2^- \end{pmatrix} \begin{pmatrix} T_1 & S_1^- \\ S_1 & T_1^- \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (4-7)$$

Le calcul des intensités [13], montre que leurs expressions peuvent se mettre sous la forme :

$$I_{t,s} = I_{t,s}^{(1)} + I_{t,s}^{(2)} + I_{t,s}^{(3)} \quad (4-8)$$

Dans ces conditions, et compte-tenu des valeurs particulières que prennent les différents paramètres, nous remarquerons que :

a) les termes $I_{t,s}^{(1)}$ contiennent un terme périodique en

$\cos (\Pi \sigma_{1r} z_1 + \Pi \sigma_{2r} z_2)$ que l'on peut écrire :

$$\cos (\Pi \sigma_{1r} z_1 + \Pi \sigma_{2r} z_2) = \cos \{ \Pi (\sigma_{1r} - \sigma_{2r}) z_1 + \Pi \sigma_{2r} z_0 \} \quad (4-9)$$

Ce qui montre que la périodicité est $\{2 (\sigma_{1r} - \sigma_{2r})\}^{-1}$, terme qui est en général grand puisque la différence entre σ_{1r} et σ_{2r} n'est jamais très importante. La contribution de ces termes au profil de franges ne sera donc pas prise en considération.

b) Une estimation de l'importance relative des termes $I_{t,s}^{(2)}$ et $I_{t,s}^{(3)}$ montre que, pour des échantillons pas trop minces, la contribution des termes $I_{t,s}^{(3)}$ est la plus importante. Pour étudier qualitativement le profil de franges, il suffit donc de ne considérer que ces termes, qui s'écrivent :

$$W_1^2 W_2^2 I_t^{(3)} = \frac{1}{2} \delta \{ - \cos 2 \Pi \sigma_{1r} z_1 \operatorname{sh} 2 (\Pi \sigma_{2i} z_2 + \phi_2)$$

$$\dots + \cos 2 \Pi \sigma_{2r} z_2 \operatorname{sh} 2 (\Pi \sigma_{1i} z_1 + \phi_1) \} \quad (4-10 a)$$

$$W_1^2 W_2^2 I_s^{(3)} = \frac{1}{2} \delta \{ - \cos 2 \Pi \sigma_{1r} z_1 \operatorname{sh} 2 (\Pi \sigma_{2i} z_2 - \phi_2)$$

$$\dots - \cos 2 \Pi \sigma_{2r} z_2 \operatorname{sh} 2 (\Pi \sigma_{1i} z_1 + \phi_1) \} \quad (4-10 b)$$

$$\text{où } W_i = (1 + s_i t_i) 1/2$$

La nature des franges extrêmes se déduit aisément de ces expressions. Près de la surface d'entrée ($z_1 \approx 0$) on ne considère que les premiers termes de chaque expression, qui sont en phase. Nous en concluons que les "premières franges" sont de même nature en champ clair et en champ noir, alors que les "dernières franges" (qui correspondent à $z_2 \approx 0$) sont de nature opposée. Le fait que les signes des deux termes de $I_t^{(3)}$ sont opposés, montre que les franges extrêmes sont de nature opposée en champ clair, alors qu'elles sont de même nature en champ noir.

Les macles d'ordre donnent donc lieu à deux types de contraste en microscopie électronique. Si la réflexion qui participe à la formation de l'image est une réflexion satellite ou de surstructure, une des deux régions n'est pas en position de Bragg et nous aurons, à l'interface, un système de franges d'égale épaisseur de type dièdre. Si la réflexion qui participe à la formation de l'image est une réflexion fondamentale, nous aurons, à cause de la distorsion du réseau qui provoque une variation de s de part et d'autre de l'interface, un système de franges du type δ , sauf si l'onde est réfléchiée par les plans parallèles à l'interface. Remarquons cependant que pour l'alliage $Ag_3 Mg$, la déformation n'est pas appréciable pour une concentration atomique de magnésium inférieure à 26 % et qu'il ne faut donc pas s'attendre dans ce cas, à la présence de systèmes de franges de type δ ; dans ces conditions, la paroi ne sera détectée que si l'image est formée à l'aide d'une réflexion satellite ou de surstructure.

IV - 3) PAROIS D'ANTIPHASE

La nature du contraste dû à ces défauts est caractérisée par le paramètre $\alpha = 2 \Pi \vec{g} \cdot \vec{R}$. Le réseau n'est pas déformé et le vecteur de diffraction actif est le même de part et d'autre de l'interface. Nous avons donc $s_1 = s_2 = s$, $t_1 = t_2 = t$, $\tau_1 = \tau_2 = \tau$

Déterminons les valeurs de α possibles dans la structure étudiée. Pour un vecteur d'antiphase dans le plan des parois périodiques, nous avons, puisque :

$$\vec{R}_1 = \frac{1}{2} (\pm \vec{a}'_2 \pm \vec{a}'_3)$$

$$\alpha = \frac{2\Pi}{2} [h' \ k' \ \ell']^* [0 \ \pm 1 \ \pm 1] = \Pi(\pm k' \pm \ell') \quad (4-11 \ a)$$

D'après les relations (A-5) les parois d'antiphase ne seront visibles que si l'onde qui participe à la formation de l'image est une satellite et nous aurons alors $\alpha = \Pi$.

Pour un vecteur d'antiphase situé dans un plan perpendiculaire aux parois périodiques, nous avons puisque :

$$\vec{R}_2' = \frac{n}{2} (\pm \vec{a}_1 \pm \vec{a}_2)$$

$$\alpha = \frac{2n\pi}{2} [h' \ k' \ \ell'] * \left[\pm \frac{1}{4} \pm 1 \ 0 \right] = \frac{n\pi}{4} (\pm h' \pm 4 k') \quad (4-11 \ b)$$

Pour une réflexion satellite, h' est impair et k' quelconque, α est donc un multiple de $\frac{\pi}{4}$; pour une réflexion de surstructure, h' est un multiple de 4 et donc $\alpha = m\pi$. Les parois d'antiphase sont invisibles si la réflexion qui participe à la formation de l'image est une réflexion fondamentale.

Les expressions pour les intensités prennent alors les valeurs suivantes :

$$I_t^{(1)} = L \{ \text{ch} (2 \pi \sigma_i z_0 + 4 \phi) + \cos (2 \pi \sigma_r z_0 + 2 \varphi) \} \quad (4-12 \ a)$$

$$I_t^{(2)} = M \{ \text{ch} 2 \pi \sigma_i (z_1 - z_2) + \cos 2 \pi \sigma_r (z_1 - z_2) \} \quad (4-12 \ b)$$

$$I_t^{(3)} = N \{ \sin (2 \pi \sigma_r z_1 + \varphi) \text{sh} (2 \pi \sigma_i z_2 + 2 \phi) \\ \dots + \sin (2 \pi \sigma_r z_2 + \varphi) \text{sh} (2 \pi \sigma_i z_1 + 2 \phi) \} \quad (4-12 \ c)$$

$$I_s^{(1)} = L \{ \text{ch} 2 \pi \sigma_i z_0 - \cos (2 \pi \sigma_r z_0 + 2 \varphi) \} \quad (4-13 \ a)$$

$$I_s^{(2)} = M \{ \text{ch} [2 \pi \sigma_r (z_1 - z_2) + 4 \phi] - \cos 2 \pi \sigma_r (z_1 - z_2) \} \quad (4-13 \ b)$$

$$I_s^{(3)} = N \{ \sin (2 \pi \sigma_r z_1 + \varphi) \text{sh} (2 \pi \sigma_i z_2 - 2 \phi) \\ \dots - \sin (2 \pi \sigma_r z_2 + \varphi) \text{sh} (2 \pi \sigma_i z_1 + 2 \phi) \} \quad (4-13 \ c)$$

$$\text{avec } L = \frac{(\text{st})^2 + \cos^2 \frac{\alpha}{2}}{2(1 + s^2 t^2)^2} \quad L > 0 \quad (4-14 \ a)$$

$$M = \frac{\sin^2 \frac{\alpha}{2}}{2(1 + s^2 t^2)^2} \quad M > 0 \quad (4-14 \ b)$$

$$N = \frac{|\sin \frac{\alpha}{2}| (s^2 t^2 + \cos^2 \frac{\alpha}{2})^{1/2}}{2 (1 + s^2 t^2)^2} \quad N > 0 \quad (4-14 c)$$

$$\operatorname{tg} \varphi = (\operatorname{tg} \frac{\alpha}{2}) \frac{st}{(1 + s^2 t^2)^{1/2}} \quad (4-14 d)$$

signe $(\cos \varphi) = \text{signe} (\sin \alpha)$

Nous constatons donc que :

a) Les termes $I_{t,s}^{(1)}$ ne dépendent que de la variable z_0 . Pour un échantillon d'épaisseur constante, ce terme est constant et peut devenir nul si $L = 0$, soit $s = 0$ et $\alpha = \Pi$.

b) Pour les échantillons suffisamment épais, les termes $I_{t,s}^{(3)}$ sont prépondérants et permettent de décrire le contraste sauf dans le cas $\alpha = \Pi$ où les termes $I_{t,s}^{(2)}$ peuvent être également importants.

Pour $\alpha \neq \Pi$, il est donc suffisant de ne considérer que les expressions $I_{t,s}^{(3)}$. Près de la surface d'entrée ($z_1 \approx 0$), on a évidemment $\operatorname{sh} (2 \Pi \sigma_i z_0 \pm 2 \phi) \gg \operatorname{sh} (\pm 2 \phi)$ ce qui montre que les premiers termes de chaque expression sont prépondérants; les "premières franges" seront donc de même nature en champ noir et en champ clair. Les "dernières franges" seront par contre de nature opposée. Si l'on échange z_1 et z_2 , l'expression de I_t ne change pas. Le système de franges est donc symétrique en champ clair et, par conséquent, asymétrique en champ noir. Remarquons en outre que l'intensité de l'onde diffractée possède la propriété :

$$I_s(z_1, z_2, s, \alpha) = I_s(z_2, z_1, -s, -\alpha) \quad (4 - 15)$$

Le cas $\alpha = \Pi$ a été étudié en détail par Van Landuyt et ses collaborateurs {20}. Il ressort de leur étude que l'image en champ noir est symétrique dans le cas purement dynamique ($s = 0$) et que pour de grandes valeurs de s ($|st| \approx 1$ à 2) le terme $I_{t,s}^{(3)}$ devient rapidement prépondérant ; le système de franges acquiert alors les caractéristiques des systèmes tels que $\alpha \neq \Pi$.

Les profils de franges correspondant aux différentes valeurs de α pour l'alliage Ag_3Mg ont été représentées figure 12 dans le cas purement dynamique pour différentes épaisseurs de l'échantillon. L'image en champ noir, où les variations d'intensité sont beaucoup plus importantes, sera plus contrastée que l'image en champ clair.

La présence des parois d'antiphase n'affecte pas la forme du diagramme de diffraction, dont les taches possèdent cependant une structure fine {16}.

Remarquons qu'une théorie à deux faisceaux ne constitue pas toujours une approximation suffisante pour décrire le contraste des parois d'antiphase {26} qui ne sont visibles que si la réflexion qui participe à la formation de l'image n'est pas fondamentale. En effet, les facteurs de structure des réflexions de surstructure ou satellites sont plus petits que ceux des réflexions fondamentales (voir annexe A) ; l'intensité des réflexions de surstructure ou satellites sera donc plus faible que celle des réflexions fondamentales, même lorsque les points correspondants sont très proches de la sphère d'Ewald ; il est donc très difficile en pratique de réaliser une condition de contraste à deux ondes.

V - ETUDE EXPERIMENTALE

V - 1) PREPARATION DES ECHANTILLONS ET TRAITEMENTS THERMIQUES

Un lingot d'alliage dont la composition atomique est de 22 % de magnésium, nous a été fourni par le CEN de Mol. Il a été transformé par laminage en lamelles de 0,1 mm d'épaisseur qui, après un recuit de 4 heures à 800° C sous vide, ont subi, également sous vide, les traitements thermiques suivants :

A : aucun traitement

B : recuit de 6 jours à 360° C

C : recuit de 12 jours à 370° C

D : recuit de 75 jours à 370° C, puis refroidissement à raison de 30° C par jour jusqu'à la température ambiante, la température de fusion étant d'environ 820° C et la température de transition ordre-désordre de 392° C pour la composition idéale de $Ag_3 Mg$ {7}. Un recuit très long est nécessaire pour l'obtention de domaines ordonnés de taille raisonnable (1 μ environ), ainsi que le montre la figure 13 : nous remarquons en effet que la taille moyenne des domaines est de 100 Å pour des échantillons A, (figure 13 a), alors qu'elle est de 1 μ environ pour les échantillons D (figure 13 b).

En vue de l'examen au microscope électronique, les lamelles ont ensuite été polies électrolytiquement par jet avec un appareillage dérivé du système Disa Electropol. Une pompe fait circuler l'électrolyte dans un tube de polyéthylène qui aboutit dans un entonnoir ; à l'extrémité du tube est fixé un cylindre creux en acier inox qui joue le rôle de cathode. L'échantillon constitue l'anode ; il est maintenu par l'expérimentateur qui peut ainsi faire varier la distance entre les deux électrodes, donc la densité de courant pour une même tension (figure 14). Le polissage est effectué en présentant tour à tour les deux surfaces de la lamelle, jusqu'à ce qu'un petit trou soit percé. Les bords de ce trou sont généralement suffisamment minces (leur épaisseur est inférieure ou de l'ordre du dixième de micron) pour être observables au microscope électronique.

L'alliage $Ag_3 Mg$ a été poli à l'aide du bain C_1 préconisé par les établissements Struers pour le magnésium et ses alliages. L'opération dure environ dix minutes ; une tension entre les électrodes de 60 V et une intensité de 0,07 A sont nécessaires à l'obtention d'une surface bien polie.

Le recuit préalable de 4 heures à 800° C a nettement amélioré la qualité des échantillons, en éliminant sans doute la plupart des défauts dûs au traitement mécanique et qui empêchaient l'obtention d'un bon polissage.

V - 2) OBSERVATION DES DEFAUTS D'ORDRE AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE

La figure 15 est une image en champ noir prise à l'aide d'une réflexion satellite. Elle représente différents systèmes de franges dus aux parois d'antiphase. Remarquons sur cette photo la présence d'un contour d'inclinaison où l'intensité diffractée est maximale, ce qui correspond à $s \approx 0$; ces contours proviennent du fait que les échantillons utilisés sont presque toujours légèrement courbés et qu'à cette courbure correspond une variation continue de s . Nous voyons que, en A, les franges extrêmes sont symétriques et que leur nature varie avec le signe de s , ce qui est caractéristique des défauts pour lesquels $\alpha = \Pi$. En B, par contre, le système de franges est asymétrique et α est alors différent de Π .

La figure 16 est l'illustration d'un certain nombre de types de contraste que l'on a envisagés au chapitre précédent. Les photos 16 a, b et c sont des images en champ noir prises respectivement à l'aide des trois réflexions d'un "triplet" qui apparaissent tour à tour en position de Bragg quand on incline l'échantillon. La région I est en contraste quand les réflexions qui opèrent sont les deux extrêmes du triplet (figures 16 a et c). La région II est en contraste quand la réflexion centrale participe à la formation de l'image (figure 16 b). La région III n'est jamais en contraste : les réflexions satellites correspondantes ne sont pas situées sur la sphère d'Ewald. Sur les figures 16 a et c, la région II apparaît avec un contraste résiduel, dû à ce que la tache de surstructure correspondante n'est pas tout à fait éteinte, et il y a, à l'interface avec la région III (hors contraste) un système de franges d'égale épaisseur produit par la paroi de macle inclinée.

Etant données deux régions en relation de macle d'ordre, on remarque que le plan d'accolement de ces régions peut prendre deux orientations distinctes : par exemple les parois de macle entre les régions à parois d'antiphase périodiques dans les plans $(100)_{cfc}$ et $(010)_{cfc}$ sont situées dans les plans $(110)_{cfc}$ et $(\bar{1}\bar{1}0)_{cfc}$. L'accolement entre les deux régions peut donc se faire selon un zigzag. L'étude cristallographique (cf. figure 9) a montré que dans la plupart des cas, il est nécessaire de créer une paroi d'antiphase dans l'angle du zigzag. La figure 16 est une confirmation de ces hypothèses.

La variation du contraste en A peut s'interpréter par une combinaison de parois d'antiphase situées dans les différents plans $\{100\}_{cfc}$, selon le schéma représenté figure 17. En effet, d'après la diffraction, nous pouvons dire que le plan de lame est approximativement $(\bar{1}\bar{2}0)_{cfc}$, et de ce fait, les traces des plans $(100)_{cfc}$ et $(010)_{cfc}$ sont confondues. De plus, l'indexa-

tion des réflexions satellites nous permet de dire que dans la région I les parois d'antiphase périodiques sont situées dans les plans $(001)_{\text{cfc}}$. (voir figure 23 Annexe B : la représentation d'une section $(1\bar{2}0)_{\text{cfc}}^*$ du réseau réciproque).

La première paroi d'antiphase est située dans un plan $(010)_{\text{cfc}}$; le vecteur d'antiphase est $\vec{R}_1 = \frac{n}{2} (\vec{a}_1 + \vec{a}_3) \pmod{\vec{t}}$ où \vec{t} désigne une translation de la structure quadratique ; la seconde est parallèle aux parois périodiques ; son vecteur d'antiphase est donc $\vec{R}_2 = \frac{1}{2} (\vec{a}_1 + \vec{a}_2) \pmod{\vec{t}}$. La troisième paroi est située dans un plan $(100)_{\text{cfc}}$ et le vecteur d'antiphase est $\vec{R}_3 = \frac{m}{2} (\vec{a}_2 + \vec{a}_3) \pmod{\vec{t}}$. La quatrième est parallèle aux parois périodiques, le vecteur déplacement est $\vec{R}_4 = \frac{1}{2} (\vec{a}_1 + \vec{a}_2) \pmod{\vec{t}} = \vec{R}_2 \pmod{\vec{t}}$. La cinquième est située dans un plan $(010)_{\text{cfc}}$, son vecteur d'antiphase est $\vec{R}_5 = \frac{\ell}{2} (\vec{a}_1 + \vec{a}_3) \pmod{\vec{t}}$

Ces vecteurs doivent cependant vérifier les relations :

$$\vec{R}_3 = \vec{R}_1 + \vec{R}_2 \pmod{\vec{t}} \quad (5 - 1)$$

$$\vec{R}_5 = \vec{R}_3 + \vec{R}_2 \pmod{\vec{t}} \quad (5 - 2)$$

soit :

$$\frac{m}{2} (\vec{a}_2 + \vec{a}_3) = \frac{n+1}{a} \vec{a}_1 + \frac{1}{2} \vec{a}_2 + \frac{n}{2} \vec{a}_3 \pmod{\vec{t}} \quad (5 - 3)$$

$$\frac{\ell}{2} (\vec{a}_1 + \vec{a}_3) = \frac{1}{2} \vec{a}_1 + \frac{m+1}{2} \vec{a}_2 + \frac{m}{2} \vec{a}_3 \pmod{\vec{t}} \quad (5 - 4)$$

Ces relations sont vérifiées si n est impair (dans ce cas $\frac{n+1}{2} \vec{a}_1$ est une translation de réseau) et on a de plus : $n = m = \ell$. Ceci permet d'expliquer pourquoi le contraste est identique aux deux extrémités de l'image. La différence de contraste entre le centre de l'image et les extrémités est attribuée à un changement de α . Pour la première et la cinquième parois, nous avons en effet :

$$\alpha^{(1)} = \alpha^{(5)} = 2 \Pi \left[\bar{2} \ \bar{1} \ \frac{\bar{1}}{4} \right]^* \cdot \frac{n}{2} [101] = - \frac{n\Pi}{4} \pmod{2 \Pi} \quad (5 - 5)$$

alors que pour la troisième, nous avons :

$$\alpha^{(3)} = 2 \Pi \left[\bar{2} \ \bar{1} \ \frac{\bar{1}}{4} \right]^* \cdot \frac{n}{2} [011] = \frac{5n\Pi}{4} = \Pi - \frac{n\Pi}{4} \pmod{2 \Pi} \quad (5 - 6)$$

Pour la deuxième et la quatrième parois, α est égal à Π puisqu'elles sont parallèles aux parois périodiques.

Nous n'avons pas pu mettre en évidence une variation de s de part et d'autre d'une paroi de macule d'ordre, ni en diffraction (les taches fonda-

mentales ne se dédoublent pas) ni en transmission (absence de franges δ). Ceci s'explique très bien par le fait que la déformation du réseau n'est appréciable que pour une concentration atomique de magnésium supérieure à 26 % alors que nous travaillons sur un alliage contenant 22 % de magnésium.

Il faut aussi constater la présence de macles spinelles dans les plans $\{111\}_{cfc}$ qui ne sont pas éliminées par le recuit et qui arrêtent la croissance des domaines (figure 13 b). Nous pouvons alors obtenir en diffraction un diagramme analogue à celui représenté figure 18 (les explications nécessaires à la compréhension de ce diagramme sont données en annexe B).

V - 3) INFLUENCE DES PAROIS DE MACLE D'ORDRE SUR LA RESOLUTION DIRECTE DU RESEAU

On peut obtenir l'image "directe" des parois d'antiphase périodiques en sélectionnant à l'aide d'un diaphragme les deux taches satellites dues à leur présence {22}. Quand les domaines sont trop petits, nous sélectionnons une région où les trois directions de superpériode sont présentes. Trois ondes au moins participent à la formation de l'image, ce qui provoque une distance interfrange double de celle attendue dans les régions où les domaines se superposent (figure 19). On peut l'expliquer grossièrement de la façon suivante : s'il existe plusieurs domaines dans le cristallite (où les amplitudes diffusées s'ajoutent) nous pouvons considérer que tout se passe comme si nous avions une maille élémentaire formée de 64 mailles cubiques à faces centrées avec des antiphases périodiques dans les trois directions. Si nous décrivons le réseau cristallin à l'aide d'une maille élémentaire de vecteurs de base $\vec{A}_1, \vec{A}_2, \vec{A}_3$, le potentiel cristallin peut être représenté par une série de Fourier :

$$V(x, y, z) = \sum_{hkl} V_{hkl} \exp \left\{ -2 i \pi \left(\frac{hx}{A_1} + \frac{ky}{A_2} + \frac{lz}{A_3} \right) \right\} \quad (5 - 7)$$

Si par exemple, le plan du diagramme de diffraction est le plan A_3 , chaque tache de diffraction peut être considérée, dans le plan focal de la lentille, comme une source d'amplitude proportionnelle à V_{hk0} , et l'amplitude diffractée dans ce plan sera telle que :

$$A(x, y) \propto \sum_{hk} V_{hk0} \exp \left\{ -2 i \pi \left(\frac{hx}{A_1} + \frac{ky}{A_2} \right) \right\} \quad (5 - 8)$$

V_{kh0} étant proportionnel à F_{hk0} , nous pouvons écrire :

$$A(x, y) \propto \sum_{hk} F_{hk0} \exp \left\{ -2 i \pi \left(\frac{hx}{A_1} + \frac{ky}{A_2} \right) \right\} \quad (5 - 9)$$

Le diaphragme de contraste permet de n'utiliser qu'un petit nombre d'ondes pour former $A(x, y)$. Dans le cas de la figure 19, nous sommes dans un plan (001) et nous avons sélectionné les taches d'un triplet qui ont pour indices, dans la notation considérée, $(4\bar{1}0)$ (400) et (410), et, puisque $A_1 = A_2 = 4 a$, nous aurons :

$$A(x, y) \propto \exp \left(- 2 i \pi \frac{4x}{4a} \right) \left\{ F_{4\bar{1}0} \exp \left(2 i \pi \frac{y}{4a} \right) + F_{400} + F_{410} \exp \left(- 2 i \pi \frac{y}{4a} \right) \right\} \quad (5 - 10)$$

Au voisinage de $\{100\}_{cfc}$ nous pouvons considérer $(f_{Ag} - f_{Mg})$ constant {24} et, d'après les valeurs trouvées en annexe A,

$$A(x, y) \propto (f_{Ag} - f_{Mg}) \exp \left(- 2 i \pi \frac{x}{a} \right) \left\{ (1-i) \exp \left(2 i \pi \frac{y}{4a} \right) - 2 + (1+i) \exp \left(- 2 i \pi \frac{y}{4a} \right) \right\} \quad (5 - 11)$$

soit

$$A(x, y) \propto (f_{Ag} - f_{Mg}) \exp \left(- 2 i \pi \frac{x}{a} \right) \left\{ - 1 + \sqrt{2} \cos \left(2 \pi \frac{y}{4a} - \frac{\pi}{4} \right) \right\} \quad (5 - 12)$$

Nous aurons alors :

$$I(x, y) = |A(x, y)|^2 \propto (f_{Ag} - f_{Mg})^2 \left\{ - 1 + \sqrt{2} \cos \left(2 \pi \frac{y}{4a} - \frac{\pi}{4} \right) \right\}^2 \quad (5 - 13)$$

Les variations de la fonction $I(x, y)$ sont représentées figure 20. On constate que la distance entre deux maxima successifs est de $4 a$, ce qui correspond à un interfrange de 16 \AA environ.

VI - CONCLUSION

L'étude entreprise au microscope électronique a permis de préciser la nature des défauts d'ordre dans un alliage possédant une surstructure à longue période ; nous avons montré que ces imperfections étaient de deux types : macles d'ordre et parois d'antiphase, comme on pouvait le prévoir à partir de considérations géométriques sur les symétries respectives des structures ordonnée et désordonnée.

Nous sommes donc maintenant à même d'effectuer des essais mécaniques en ayant une bonne connaissance, du point de vue des défauts, de l'état de nos échantillons. Notre travail se poursuivra par l'étude des imperfections introduites par la déformation de cet alliage et par l'étude de leur interaction avec les défauts d'ordre.

ANNEXE A : FACTEUR DE STRUCTURE ET DISTANCE D'EXTINCTION

La structure est décrite à l'aide de la maille quadratique représentée figure 2. Avec les notations employées, nous avons :

$$\begin{aligned}
 F_{\vec{g}} = & f_{Mg} \sum_{n=0}^1 \exp (2i\pi \vec{g} \cdot n \frac{\vec{a}'_1}{4}) + f_{Mg} \sum_{n=2}^3 \exp \{2i\pi \vec{g} \cdot (\frac{\vec{a}'_2}{2} + \frac{\vec{a}'_3}{2} + n \frac{\vec{a}'_1}{4})\} \\
 & + f_{Ag} \sum_{n=0}^1 \exp \{2i\pi \vec{g} \cdot (\frac{\vec{a}'_2}{2} + \frac{\vec{a}'_3}{2} + n \frac{\vec{a}'_1}{4})\} + f_{Ag} \sum_{n=2}^3 \exp (2i\pi \vec{g} \cdot n \frac{\vec{a}'_1}{4}) \\
 & + f_{Ag} \sum_{n=0}^3 \exp \{2i\pi \vec{g} \cdot (\frac{\vec{a}'_2}{2} + \frac{\vec{a}'_1}{8} + n \frac{\vec{a}'_1}{4})\} + f_{Ag} \sum_{n=0}^3 \exp \{2i\pi \vec{g} \cdot (\frac{\vec{a}'_3}{2} + \frac{\vec{a}'_1}{8} + n \frac{\vec{a}'_1}{4})\}
 \end{aligned}
 \tag{A.1}$$

où f_{Ag} et f_{Mg} représentent les facteurs de diffusion atomique pour les électrons, relatifs à l'argent et au magnésium.

$$\text{on a } \vec{g} \cdot \vec{a}'_1 = h' = 4h \tag{A.2a}$$

$$\vec{g} \cdot \vec{a}'_2 = k' = k \tag{A.2b}$$

$$\vec{g} \cdot \vec{a}'_3 = \ell' = \ell \tag{A.2c}$$

$$\begin{aligned}
 F_{h'k'\ell'} = & f_{Mg} \sum_{n=0}^1 \exp (i\pi n \frac{h'}{2}) + f_{Mg} \exp [i\pi (h'+k'+\ell')] \sum_{n=0}^1 \exp (i\pi n \frac{h'}{2}) \\
 & + f_{Ag} \exp \{i\pi (k'+\ell')\} \sum_{n=0}^1 \exp (i\pi n \frac{h'}{2}) + f_{Ag} \exp (i\pi h') \sum_{n=0}^1 \exp (i\pi n \frac{h'}{2}) \\
 & + f_{Ag} \exp \{i\pi (k'+\frac{h'}{4})\} \sum_{n=0}^3 \exp (i\pi n \frac{h'}{2}) + f_{Ag} \exp \{i\pi (\ell'+\frac{h'}{4})\} \sum_{n=0}^3 \exp (i\pi n \frac{h'}{2})
 \end{aligned}
 \tag{A.3}$$

$$\begin{aligned}
 F_{h'k'\ell'} = & \{f_{Mg} [1 + \exp i\pi (h'+k'+\ell')] + f_{Ag} [\exp [i\pi (k'+\ell')] + \exp (i\pi h')]\} \sum_{n=0}^1 \exp (i\pi n \frac{h'}{2}) \\
 & + f_{Ag} \exp (i\pi \frac{h'}{4}) [\exp (i\pi h') + \exp (i\pi \ell')] \sum_{n=0}^3 \exp (i\pi n \frac{h'}{2})
 \end{aligned}
 \tag{A.4}$$

Nous aurons donc à distinguer les différents cas suivants :

1°) $h' \neq 2p$ avec p entier soit $h \neq \frac{p}{2}$

$$- h' + \ell' \text{ pair} \quad F_{h',k',\ell'} = 0 \quad (\text{A-5a})$$

$$- k' + \ell' \text{ impair} \quad F_{h',k',\ell'} = 2\{1 + \exp(\frac{i\pi h'}{2})\} (f_{Ag} - f_{Mg}) \quad (\text{A-5b})$$

$$2^\circ) h' = 4p + 2 \quad \text{soit } h = p + \frac{1}{2} \quad F_{h',k',\ell'} = 0 \quad (\text{A-5c})$$

3°) $h' = 4p$ soit $h = p$

$$- k' + \ell' \text{ impair} \quad F_{h',k',\ell'} = 0 \quad (\text{A-5d})$$

$$- k', \ell' \text{ pairs } h \text{ pair} \quad F_{h',k',\ell'} = 4(3f_{Ag} + f_{Mg}) \quad (\text{A-5e})$$

$$h \text{ impair} \quad F_{h',k',\ell'} = 4(f_{Mg} - f_{Ag}) \quad (\text{A-5f})$$

$$- k', \ell' \text{ impairs } h \text{ pair} \quad F_{h',k',\ell'} = 4(f_{Mg} - f_{Ag}) \quad (\text{A-5g})$$

$$h \text{ impair} \quad F_{h',k',\ell'} = 4(3f_{Ag} + f_{Mg}) \quad (\text{A-5h})$$

La théorie cinématique de la diffraction des électrons par les cristaux, montre que le facteur de structure est relié au coefficient de Fourier V_g du potentiel par la relation {27}.

$$F_g = \frac{2 \pi m e}{h^2} \Omega V_g \quad (\text{A-6})$$

où Ω est le volume de la maille élémentaire.

Compte tenu de la définition (C-4) de la distance d'extinction, t_g , nous pouvons la calculer à partir de la formule :

$$t_g = \frac{\pi \Omega}{\lambda c |F_g|} \quad (\text{A-7})$$

où c est un facteur de correction relativiste = 1,1957 pour les électrons accélérés sous 100 k V.

λ est la longueur d'onde des électrons = 0,037 Å pour les électrons accélérés sous 100 k V.

Compte tenu des valeurs particulières des facteurs de diffusion atomique {24}, nous pouvons donner les différentes valeurs de $|F_{hkl}|$ et ainsi calculer les distances d'extinctions (le volume Ω de la maille quadratique est pris égal à 277,70 Å³) que nous donnons dans le tableau A-1 pour les réflexions d'indices les moins élevés. (les réflexions sont indexées dans le système cubique à faces centrées).

\vec{g}	nature de la réflexion	$ F_{hkl} _{\text{\AA}}^{-1}$ *	$t_{\vec{g}}^{\text{\AA}}$
111	Fondamentale	71,8	270
200	"	64,4	300
220	"	46,4	420
311	"	40	500
331	"	27	730
100	Surstructure	15,6	1250
011	"	15,2	1300
120	"	12,3	1600
211	"	11,4	1750
122	"	9,3	2100
$\frac{1}{4}10$	Satellite	11	1800
$\frac{3}{4}10$	"	11	1800
$\frac{5}{4}10$	"	10,4	1900
$\frac{7}{4}10$	"	9,2	2100
$\frac{9}{4}10$	"	8,05	2400
$\frac{1}{4}12$	"	8,7	2300
$\frac{3}{4}12$	"	7,9	2400
$\frac{5}{4}12$	"	7,6	2500

* Les valeurs de $|F_{hkl}|$ sont données sans tenir compte de la correction relativiste.

Rappelons que deux cristaux sont en position de macle si de part et d'autre de leur plan commun, appelé plan de macle, il existe un réseau de maille multiple de celle qui leur est propre. Les relations de symétrie qui en découlent impliquent que le réseau en position de macle est symétrique du réseau initial par rapport au plan de macle, ou s'en déduit par une rotation de 180° autour de sa normale appelée axe de macle, l'un au moins de ces deux éléments de symétrie ayant des indices rationnels {23}.

Dans les cristaux cubiques, les plans (h k l) du réseau direct et les plans (h k l)* du réseau réciproque sont parallèles, si bien que la normale au plan (h k l) est la droite [h k l]. Nous emploierons donc, dans ce qui va suivre, la notation cubique à faces centrées pour des raisons de commodité.

B-1. Cas particulier du plan de macle parallèle au faisceau

L'axe de macle est alors parallèle au plan du réseau réciproque correspondant au diagramme de diffraction, et le diagramme de macle est obtenu par simple rotation, ce qui correspond à l'image miroir du diagramme de diffraction de la matrice par rapport à cet axe (figure 21).

Les indices des taches de diffraction dus à la macle, par rapport au réseau réciproque sont déduits de la façon suivante. Si [h k l]* est un vecteur du réseau réciproque et [p q r] l'axe de macle, il résulte du maclage sur (p q r) que [h k l]* est devenu [h₁ k₁ l₁]*. Nous devons déterminer h₁ k₁ l₁ dans le réseau réciproque de la matrice. Puisque les vecteurs [h k l]* et [h₁ k₁ l₁]* sont même module, nous pouvons écrire :

$$[h \ k \ l] + [h_1 \ k_1 \ l_1] = n [p \ q \ r] \quad (B-1)$$

où n est un facteur qui dépend de h, k, l. On a donc :

$$h + h_1 = n p \quad k + k_1 = n q \quad l + l_1 = n r$$

de plus,

$$h^2 + k^2 + l^2 = h_1^2 + k_1^2 + l_1^2 = (n p - h)^2 + (n q - k)^2 + (n r - l)^2$$

$$d'où \ n = \frac{2(ph + qk + r\ell)}{p^2 + q^2 + r^2}$$

$$\text{soit } h_1 = \frac{2p(ph + qk + r\ell)}{p^2 + q^2 + r^2} - h \quad (B-2a)$$

$$k_1 = \frac{2q(ph + qk + r\ell)}{p^2 + q^2 + r^2} - k \quad (B-2b)$$

$$l_1 = \frac{2r(ph + qk + r\ell)}{p^2 + q^2 + r^2} - l \quad (B-2c)$$

Bien que cette indexation soit dans le cas présent immédiate, ces formules nous seront cependant utiles dans le cas où le plan de macle n'est pas parallèle au faisceau.

B-2. Cas général du plan de macle orienté au hasard

Supposons que le faisceau passe par l'axe de zone $[u\ v\ w]$ du réseau de la matrice. Nous pouvons déterminer l'axe de zone parallèle dans la macle en utilisant une série de relations semblables aux relations (B-2). Les nouveaux indices pour les vecteurs du réseau (ou plans du réseau réciproque) seront obtenus en considérant les mêmes relations car les plans $(h\ k\ \ell)$ du réseau direct sont parallèles aux plans $(h\ k\ \ell)^*$ du réseau réciproque. Connaissant le plan $(h\ k\ \ell)^*$ du réseau réciproque de la matrice, les relations (B-2) nous permettent de déterminer le plan $(h_1\ k_1\ \ell_1)^*$ du réseau réciproque de la macle.

L'étape suivante est la superposition des deux plans, avec une orientation correcte. Pour cela, on reporte d'abord le diagramme de diffraction de la matrice ; puis on choisit deux points du diagramme de la macle que l'on indexe par rapport à la matrice à l'aide des relations B-2.

Considérons le plan $(001)^*$ du réseau réciproque et le plan de macle (101) . L'application des relations (B-2) montre que le plan du réseau réciproque de la macle correspondant est $(100)^*$. Il reste maintenant à superposer ces deux plans avec la bonne orientation. Pour cela, nous choisissons les points 002 et 020 de la macle et nous voyons qu'ils ont pour indices, relativement au réseau réciproque de la matrice, 200 et $0\bar{2}0$, respectivement. Nous obtenons alors le diagramme représenté figure 22 c. La combinaison de cette figure et de la figure 21 b, obtenue en considérant un maclage sur le plan (110) parallèle au faisceau, nous donne bien un diagramme de diffraction identique à celui représenté figure 7.

Considérons maintenant le plan $(1\bar{2}0)^*$ du réseau réciproque représenté figure 4 correspondant à la superposition des trois orientations possibles. Cette section est représentée figure 23 a. L'application des relations B-2 montre que l'axe de macle spinelle doit être $[p\ q\ r] = [1\bar{1}1]$ pour obtenir un plan rationnel du réseau réciproque et alors le plan correspondant du réseau réciproque de la macle est $(102)^*$. Les points 030 et $\bar{2}21$ du réseau réciproque de la macle ont pour indices, relativement au réseau réciproque de la matrice, $\bar{2}1\bar{2}$ et $00\bar{3}$, respectivement. La superposition des deux diagrammes de diffraction, orientés correctement, produit le diagramme représenté figure 23 c qui est analogue à celui de la figure 18.

ANNEXE C NOTATIONS UTILISEES EN THEORIE DU CONTRASTE

En microscopie électronique, on utilise des lames minces dont l'épaisseur est inférieure ou de l'ordre du dixième de micron ; les dimensions latérales sont de l'ordre de quelques dizaines de microns et seront considérées comme infinies :

- z_0 représente l'épaisseur de la lame mince
- z définit la profondeur d'un point du cristal
- \vec{k}_0 et \vec{k}_g désignent les vecteurs d'onde incident et diffractés : ils

sont pratiquement normaux à la surface d'entrée ;

on a : $\vec{k}_g = \vec{k}_0 + \vec{g}$ (C-1)

où \vec{g} est un vecteur du réseau réciproque.

Dans le cas à deux faisceaux, il n'y a qu'une seule onde diffractée importante ; le cristal est orienté de façon qu'il n'y ait qu'un seul point du réseau réciproque proche de la sphère d'Ewald (figure 26).

- s désigne la distance de la sphère d'Ewald au noeud du réseau réciproque correspondant ; on a :

$$s = \frac{k_0^2 - k_g^2}{2 k_g} \quad (C-2)$$

Le potentiel électrostatique cristallin est développé en série de Fourier :

$$V(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} V_{\vec{g}} \exp (2 i \Pi \vec{g} \cdot \vec{r}).$$

On pose $U_{\vec{g}} = \frac{2me}{h^2} V_{\vec{g}}$ (C-3)

Pour les cristaux centrosymétriques, on a $V_{\vec{g}} = V_{-\vec{g}}^*$

- $t_{\vec{g}}$ représente la distance d'extinction, elle est définie par :

$$t_{\vec{g}} = \frac{g}{|U_{\vec{g}}|} \quad (C-4)$$

La résolution de l'équation de Schrödinger montre que les amplitudes des ondes transmise (T) et diffractée(S) sont données par :

$$T(z) = \cos \Pi \sigma z - \frac{is}{\sigma} \sin \Pi \sigma z \quad (C-5a)$$

$$S(z) = \frac{i}{\sigma t_{\vec{g}}} \sin \Pi \sigma z \quad (C-5b)$$

où $\sigma t_{\vec{g}} = (1 + s^2 \frac{2}{t_{\vec{g}}^2})^{1/2}$ (C-6)

On utilisera par la suite les symboles T^- et S^- , qui sont définis par $T^- = T(-s)$; $S^- = S(-s)$ (C-7)

La diffusion inélastique des électrons provoque un phénomène d'absorption dont les effets ne peuvent pas être ignorés quand l'épaisseur de la lame devient importante. Molière {14} et Yoshioka {15} ont proposé d'en rendre compte en remplaçant le potentiel $V(\vec{r})$ par un potentiel complexe, ce qui revient à substituer à t_g^{\rightarrow} une quantité complexe $t_g'^{\rightarrow}$ telle que :

$$\frac{1}{t_g'^{\rightarrow}} = \frac{1}{t_g^{\rightarrow}} + \frac{i}{\tau_g^{\rightarrow}} \quad (C-8)$$

Les paramètres τ_g^{\rightarrow} , différents pour les différentes réflexions actives sont appelées longueurs d'absorption ; on prend en général :

$\tau_g^{\rightarrow} \approx 10 t_g^{\rightarrow}$; on peut alors poser {18}.

$$\sigma = \sigma_r + i \sigma_i \quad \sigma_r \approx \frac{1}{t_g^{\rightarrow}} (1 + s^2 t_g^2)^{1/2} \quad (C-9a)$$

$$\sigma_i \approx \frac{1}{\tau_g^{\rightarrow}} (1 + s^2 t_g^2)^{-1/2} \quad (C-9b)$$

Nous poserons de plus {13}.

$$\text{sh } 2 \Phi = s t_g'^{\rightarrow} \approx s t_g^{\rightarrow} \quad (C-10a)$$

$$\text{d'où} \quad \text{ch } 2 \Phi = (1 + s^2 t_g'^2)^{1/2} \approx \sigma t_g'^{\rightarrow} \quad (C-10b)$$

Nous pouvons alors écrire :

$$T = \frac{1}{\sigma t_g'^{\rightarrow}} \cos (\Pi \sigma z + 2 i \Phi) \quad (C-11a)$$

$$\text{qui est de la même forme que } S = \frac{1}{\sigma t_g'^{\rightarrow}} \sin \Pi \sigma z \quad (C-11b)$$

Un défaut plan dans un cristal est caractérisé par le déplacement \vec{R} de la partie inférieure par rapport à la partie supérieure ; si la déformation est faible, nous pouvons écrire :

$$V_i(\vec{r} + \vec{R}) = V_S(\vec{r}) \quad (C-12)$$

Ce défaut sera donc caractérisé par le paramètre $\alpha = 2 \Pi \vec{g} \cdot \vec{R}$, qui représente en fait le déphasage entre les coefficients de Fourier du potentiel relatifs à chacune de ces parties.

ANNEXE D EFFETS DE DIFFRACTION DUS AUX MACLES D'ORDRE

Dans l'étude de la diffraction d'une structure maclée, il est commode de décrire la structure à l'aide d'une maille non primitive, commune aux deux réseaux. Pour un plan de macle $(10\bar{1})_{cfc}$ par exemple, nous prendrons une maille quadratique composée de seize mailles cubiques, telle que $\vec{a}''_1 = 4 \vec{a}_1$; $\vec{a}''_2 = \vec{a}_2$; $\vec{a}''_3 = 4 \vec{a}_3$ (figure 7). Nous pouvons dire que le facteur de structure est la somme d'un terme dû à la contribution d'atomes d'Argent placés en tous les points du réseau et d'un terme dû à la contribution d'atomes de facteur de diffusion $f = f_{Mg} - f_{Ag}$, placés aux points occupés par les atomes de magnésium.

Pour la partie I, nous avons :

$$F_{\vec{g}}^I = F_o + f \sum_{m=0}^3 \exp(2 i \Pi \vec{g} \cdot \frac{m \vec{a}''_3}{4}) \{1 + \exp(2 i \Pi \vec{g} \cdot \frac{\vec{a}''_1}{4})\} \dots$$

$$\{1 + \exp [2 i \Pi \vec{g} \cdot (\frac{\vec{a}''_1}{2} + \frac{\vec{a}''_2}{2} + \frac{\vec{a}''_3}{8})]\}$$
 (D-1)

où F_o est la contribution de 16 mailles élémentaires de la structure cubique à faces centrées.

On a évidemment : $\vec{g} \cdot \vec{a}''_1 = h'' = 4 h$ (D-2a)

$\vec{g} \cdot \vec{a}''_2 = k'' = k$ (D-2b)

$\vec{g} \cdot \vec{a}''_3 = \ell'' = 4 \ell$ (D-2c)

$$F_{h''k''\ell''}^I = F_o + f \frac{\exp(2 i \Pi \ell'') - 1}{\exp(i \Pi \frac{\ell''}{2}) - 1} \{1 + \exp(i \Pi \frac{h''}{2})\} \{1 + \exp [i \Pi (h'' + k'' + \frac{\ell''}{4})]\}$$
 (D-3a)

Dans la partie II, nous avons :

$$F_{h''k''\ell''}^{II} = F_o + f \frac{\exp(2i\Pi h'') - 1}{\exp(i\Pi \frac{h''}{2}) - 1} \{1 + \exp(i\Pi \frac{\ell''}{2})\} \{1 + \exp [i\Pi (\frac{h''}{4} + k'' + \ell'')]\}$$
 (D-3b)

Dans ces conditions, les deux derniers termes sont simultanément non nuls si h'' et ℓ'' sont multiples de 4 (soit h et ℓ entiers) avec la condition supplémentaire $4h + k + \ell$ et $h + k + 4\ell$ pairs, soit h, k, ℓ de même parité, ce qui correspond aux réflexions fondamentales de la structure cubique à faces centrées ; on a alors :

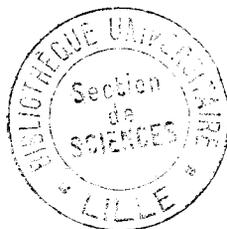
$$F_{\vec{g}}^I = F_{\vec{g}}^{II} = F_o + 16 f = 16 (3 f_{Ag} + f_{Mg})$$
 (D-4)

R E F E R E N C E S

-:-:-:-:-:-:-:-

- {1} S. AMELINCKX
The direct observation of dislocations (Academic Press New York 1964)
P. 294
- {2} P. B. HIRSCH A. HOWIE R.B. NICHOLSON D.W. PASHLEY M.J. WHELAN
Electron Microscopy on Thin Crystals (Butterworths Londres 1965) P. 353
- {3} M. J. MARCINKOWSKI
In Electron microscopy and strength of crystals ; éditeurs G. THOMAS
J. WASHBURN (Interscience New York 1963) P. 333.
- {4} L.M. CLAREBROUGH J.F. NICHOLAS
Australian J. Sci. Res. A3 P. 284 1950
- {5} K. SCHUBERT B. KIEFER M. WILKENS R. HAUFLER
Zeitsch. Metall 46 P. 692 1955.
- {6} K. FUJIWARA M. HIRABAYASHI D. WATANABE S. OGAWA
J. Phys. Soc. Japan 13 P. 167 1958.
- {7} A. GANGULEE M.B. BEVER
Trans. AIME 242 P. 278 1968.
- {8} H. SATO R.S. TOTH
In Alloying behaviour and effects in concentrated solid solutions ;
Editeur T.B. MASSALSKI (Gordon Breach 1965) P. 295.
- {9} N. F. MOTT H.JONES
The theory of properties of metals and alloys (Dover New York 1958)
Chapitre V.
- {10} F. SEITZ
Modern theory of solids (Mac Graw New York 1940) Section 123.
- {11} A.B. GLOSSOP D.W. PASHLEY
Proc. Roy. Soc. A 250 P. 132 1959
- {12} S. OGAWA D. WATANABE H. WATANABE T. KOMODA
Acta Cryst. 11 P. 872 1958.
- {13} R. GEVERS J. VAN LANDUYT S. AMELINCKX
Phys. Stat. Sol. 11 P. 689 1965.
- {14} K. MOLIERE
Ann. Phys. Lpz 34 P. 461 1939.
- {15} H. YOSHIOKA
J. Phys. Soc. Japan 12 P. 618 1957.
- {16} R. GEVERS J. VAN LANDUYT S. AMELINCKX
Phys. Stat. Sol. 18 P. 343 1966.
- J. VAN LANDUYT R. GEVERS S. AMELINCKX
Phys. Stat. Sol. 18 P. 363 1966.

- {17} R. GEVERS
In The interaction of radiations with solids ; éditeurs R. STRUMANE
J. NIHOUL R. GEVERS S. AMELINCKX (North Holland Amsterdam 1964)
P. 471.
- {18} A. HOWIE M.J. WHELAN
Proc. Roy. Soc. A 263 P. 217 1961
- {19} R. GEVERS
Phil. Mag. 7 P. 1681 1962.
- {20} J. VAN LANDUYT R. GEVERS S. AMELINCKX
Phys. Stat. Sol. 7 P. 519 1964.
- {21} P.B. HIRSCH et Coll. : Cf. Référence {2} P. 141.
- {22} M.J. MARCINKOWSKI L. ZWELL
Acta. Met. 11 P. 373 1963.
- {23} B. JAUL
Etude de la plasticité et application aux métaux (Dunod Paris 1964)
P. 201.
- {24} International Crystallographic Tables (Kynoch Press Birmingham 1962).
Vol. III Table 3.3. A 1.
- {25} R. GEVERS
Phys. Stat. Sol. 3 P. 1672 1963.
- {26} P. COULOMB F. REYNAUD
Compt. Rend. 266 B P. 1107 1968.
267 B P. 1121 1968.
268 B P. 912 1969.
- {27} P.B. HIRSCH et Coll.
Cf. Référence {2} P. 92.



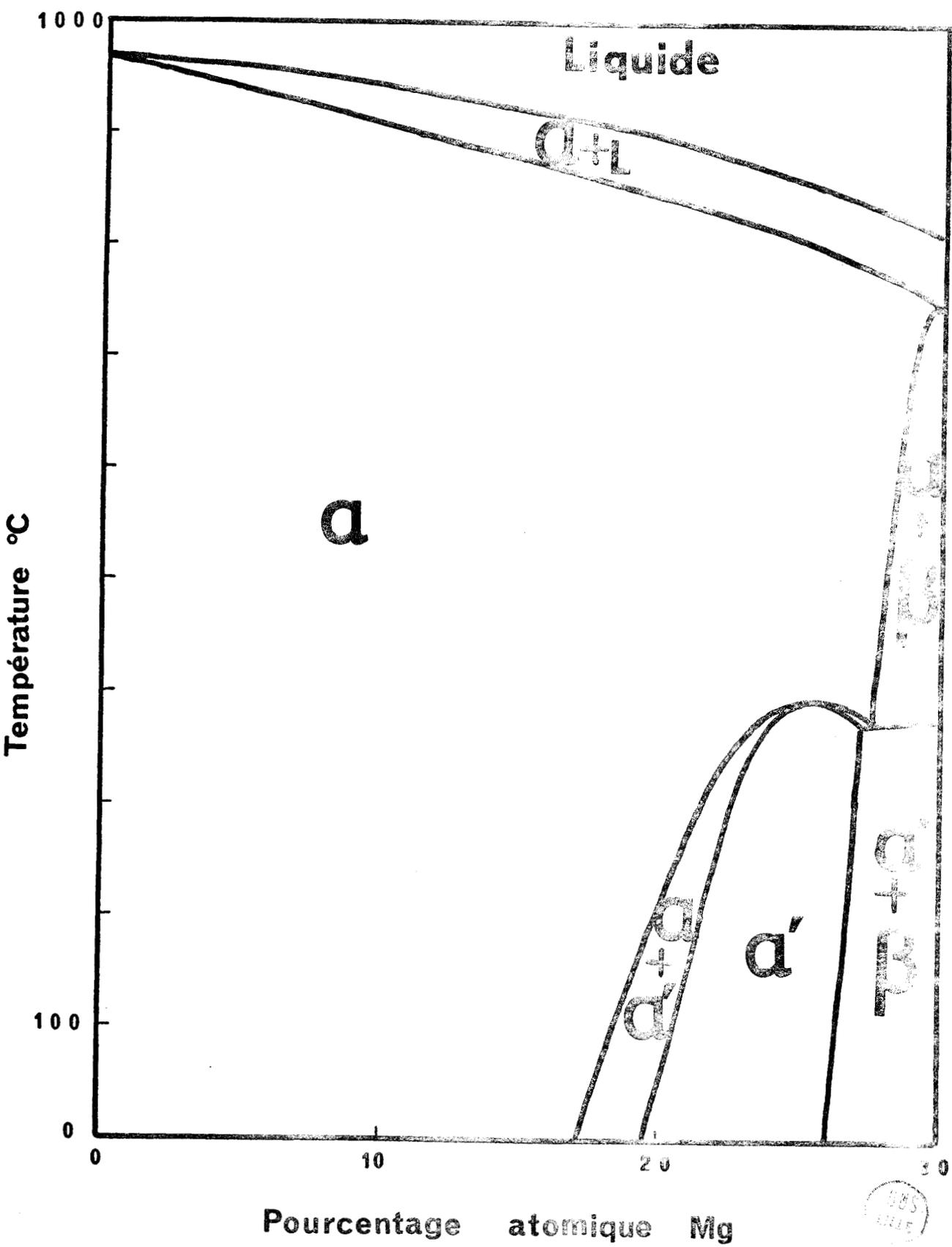


FIGURE 1

● Ag
○ Mg

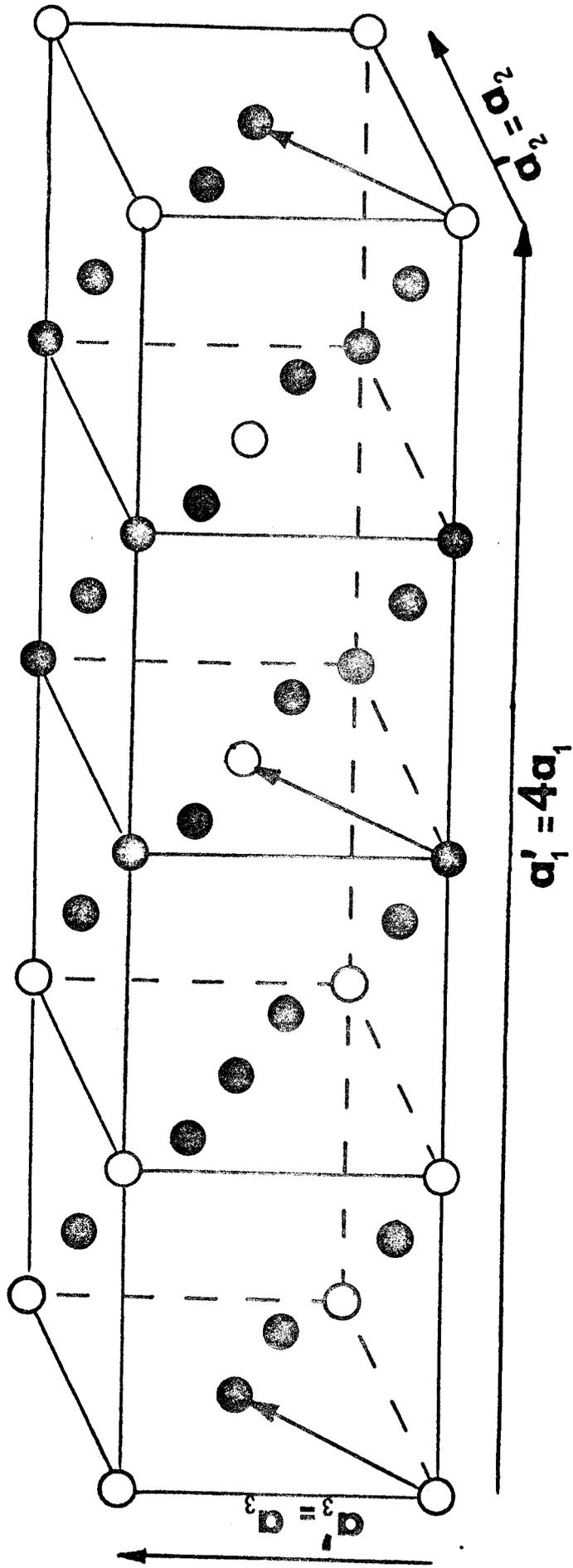


FIGURE 2



○ réflexions fondamentales
 ● satellites
 ○ de surstructure

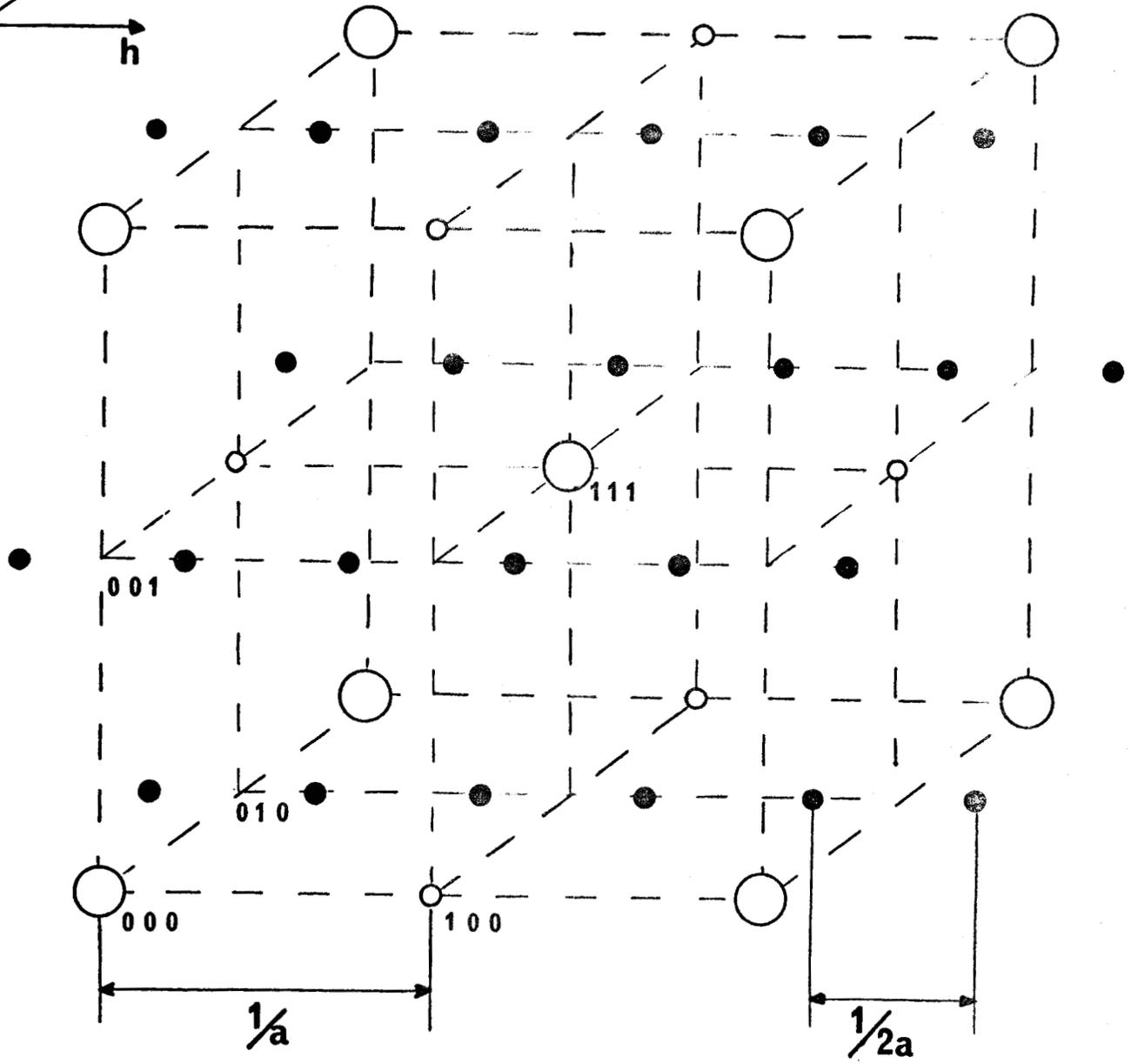
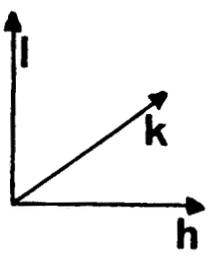


FIGURE 3



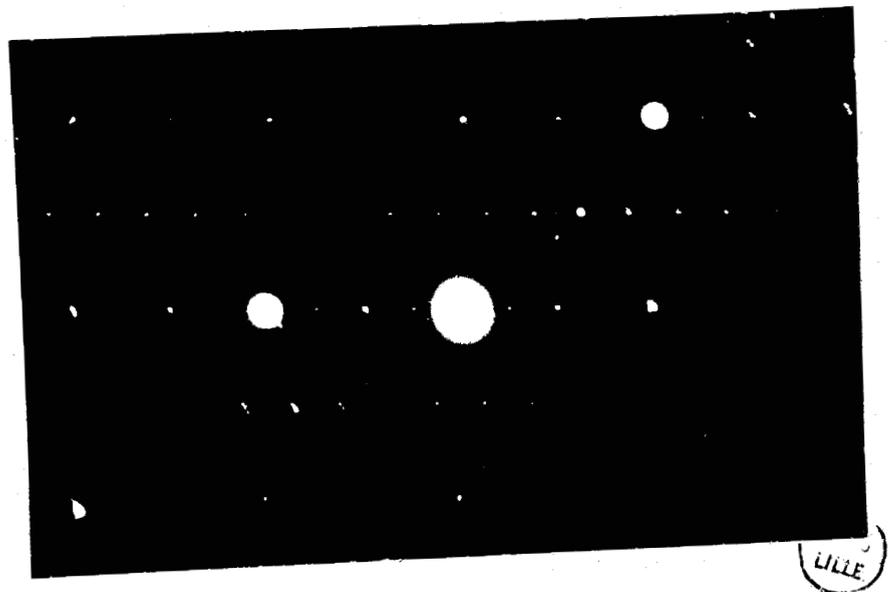


FIGURE 4 ECHANTILLON D

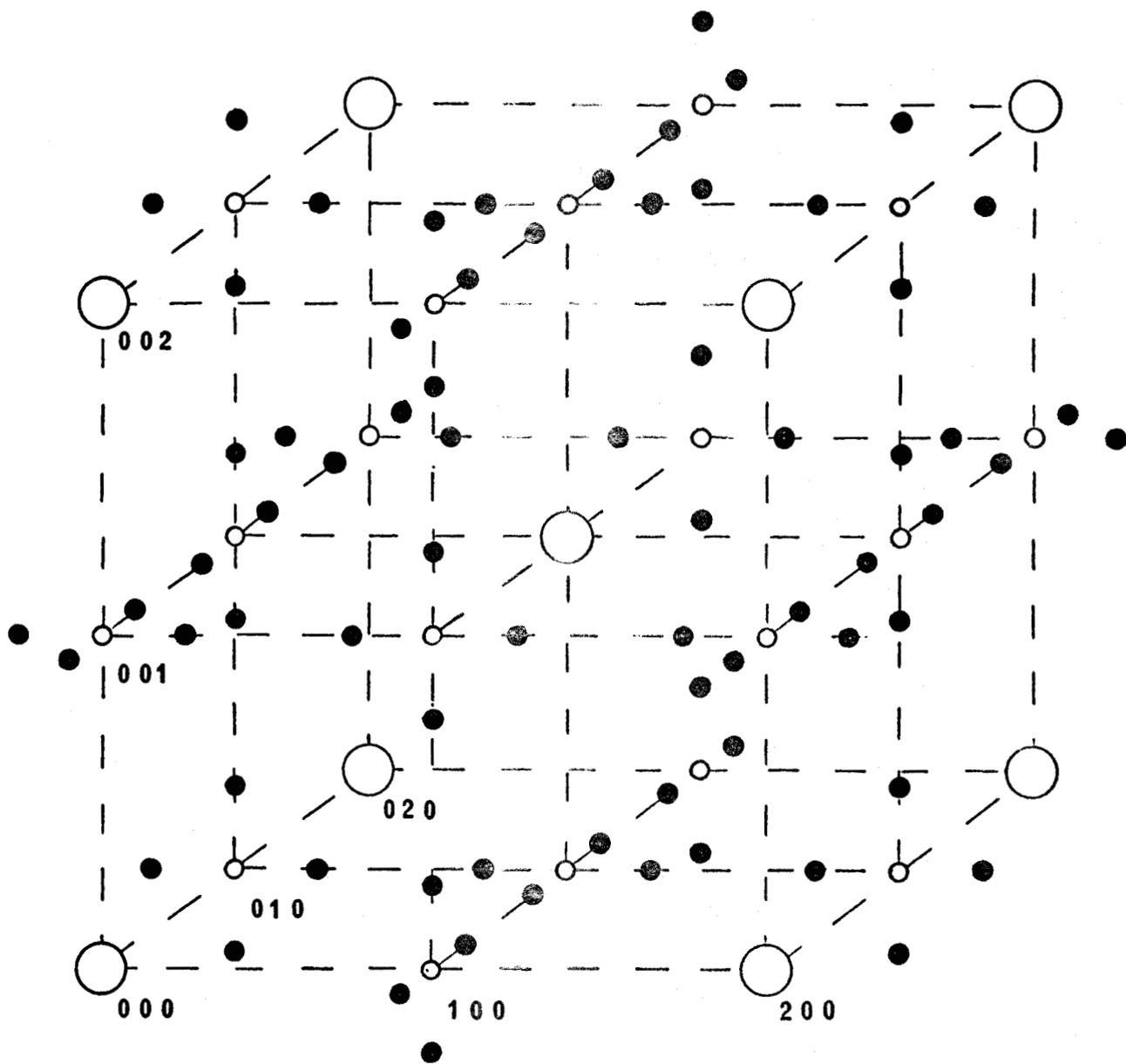


FIGURE 5

BUS
LILLE



LILLE

FIGURE 6 ECHANTILLON C

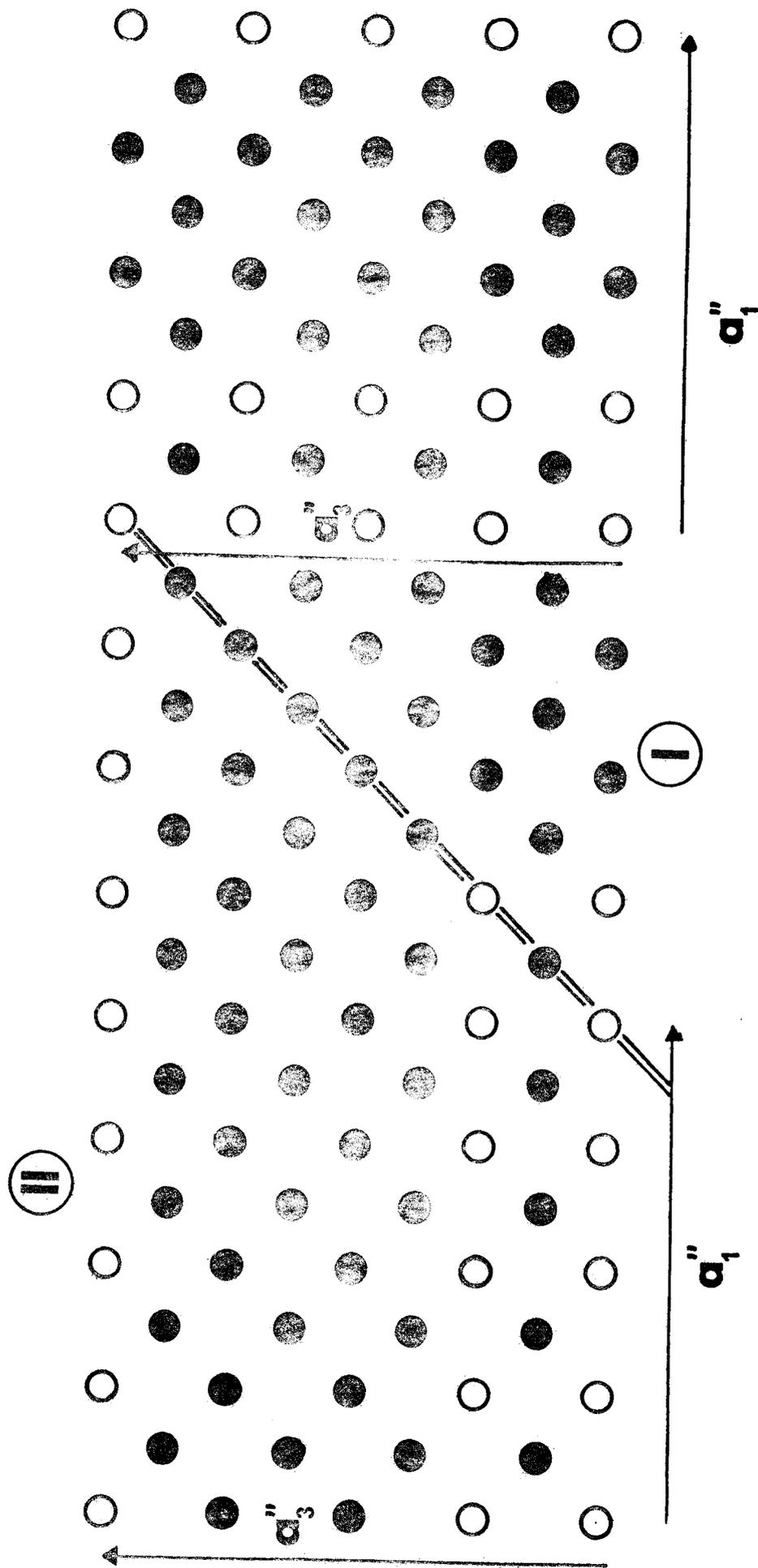


FIGURE 7

BUS
MILE

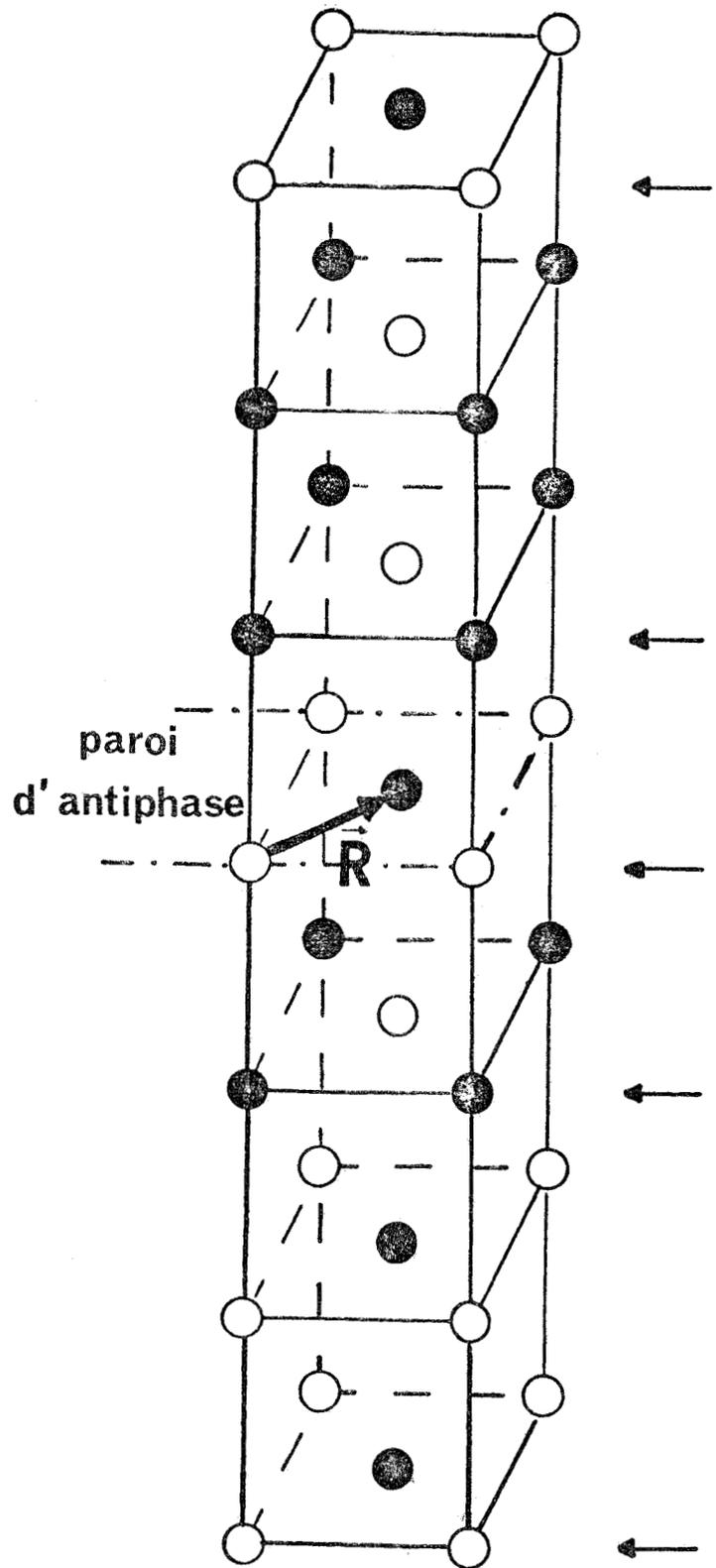


FIGURE 8a



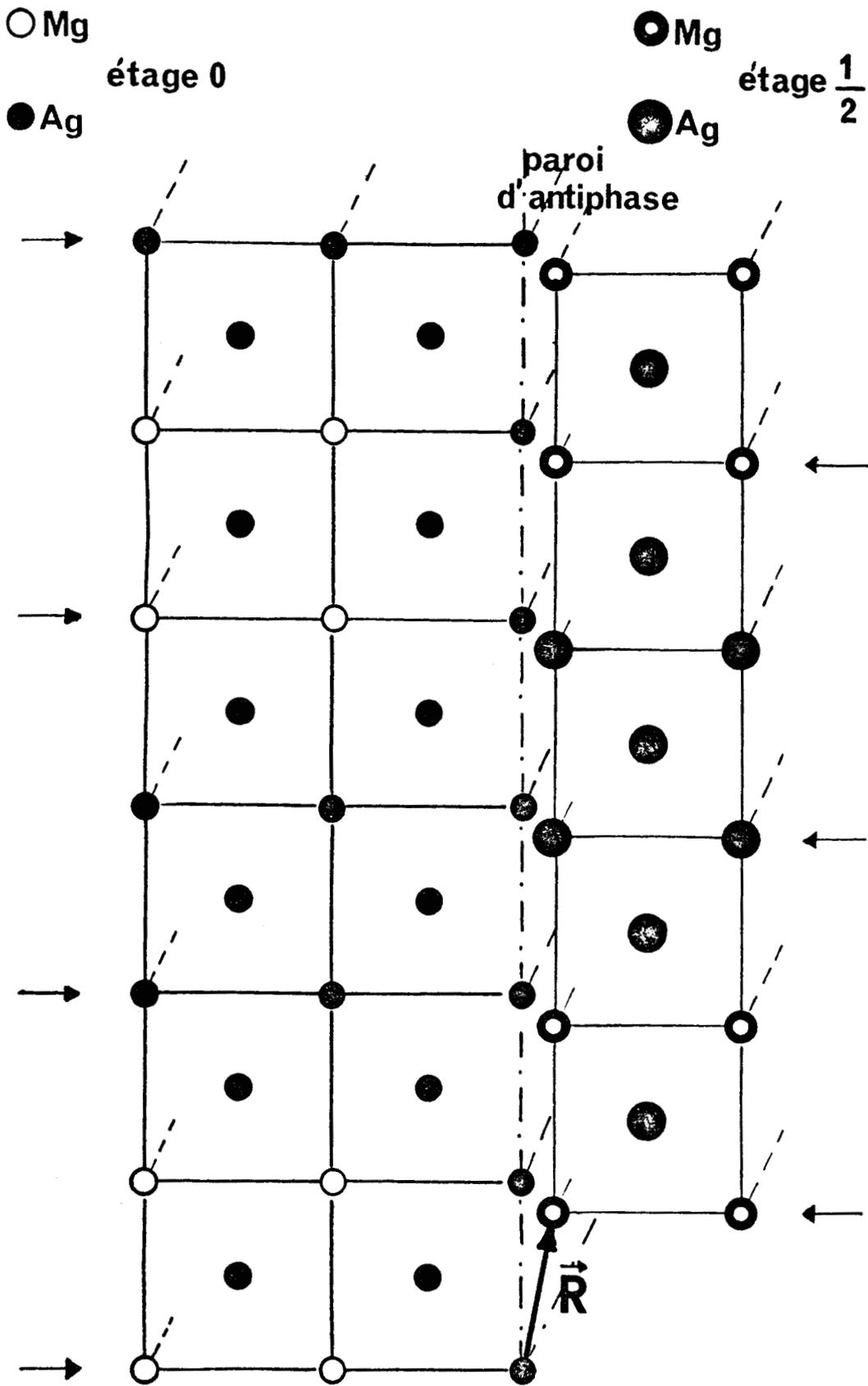


FIGURE 8 b

BUS
1968

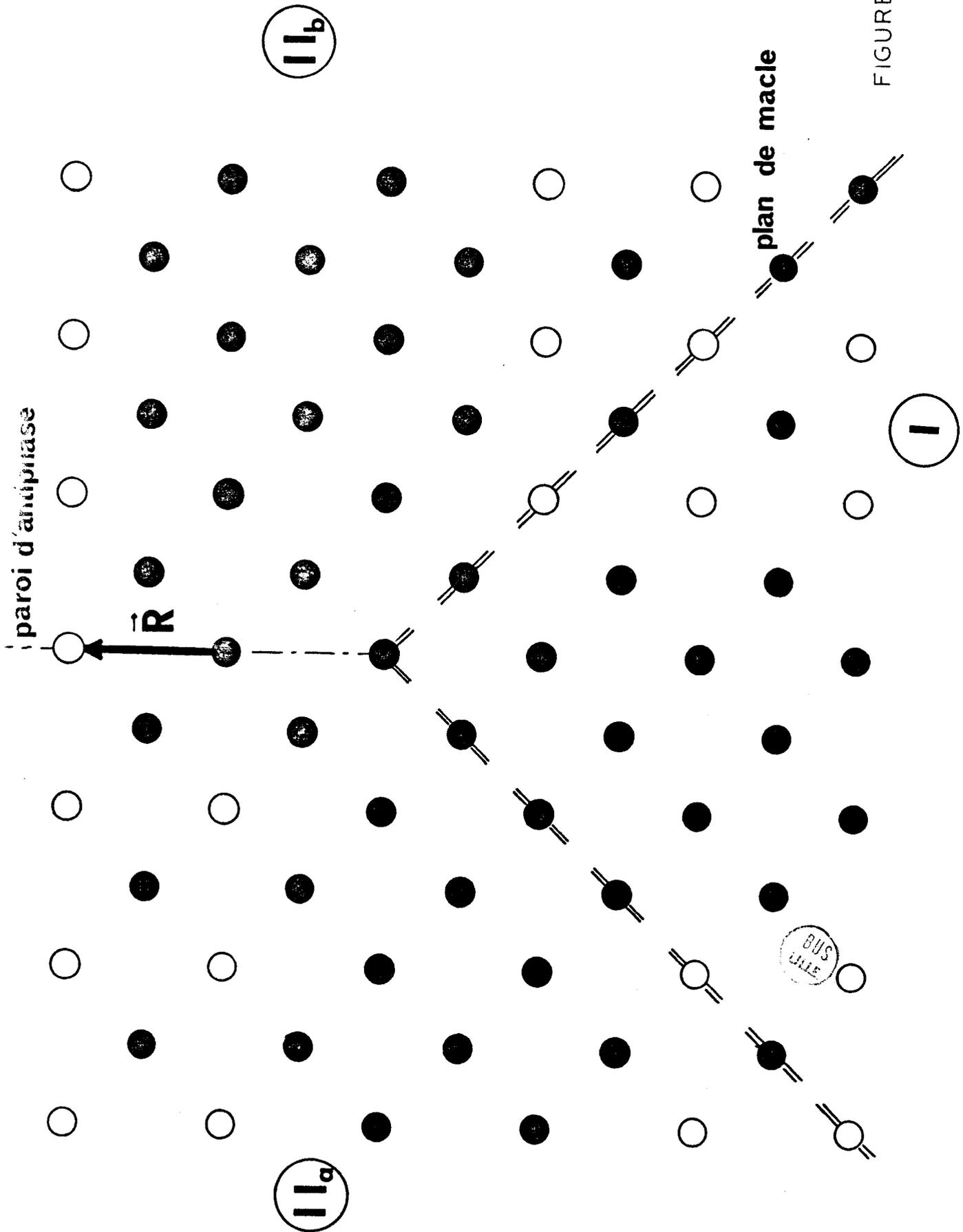


FIGURE 9

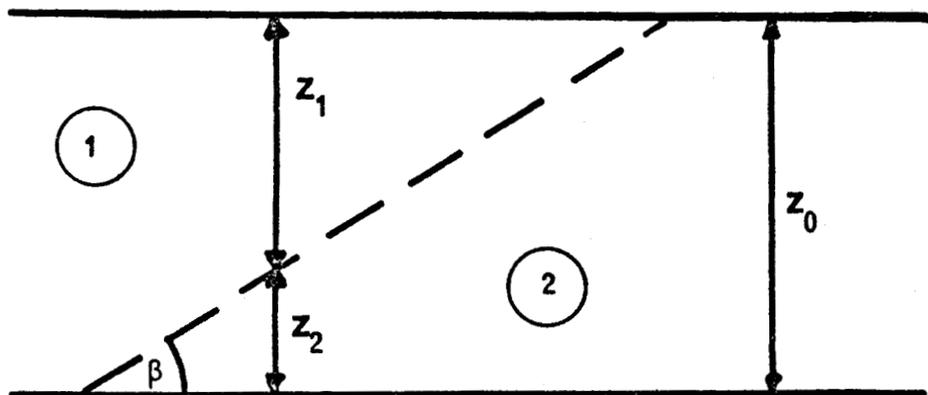


FIGURE 10

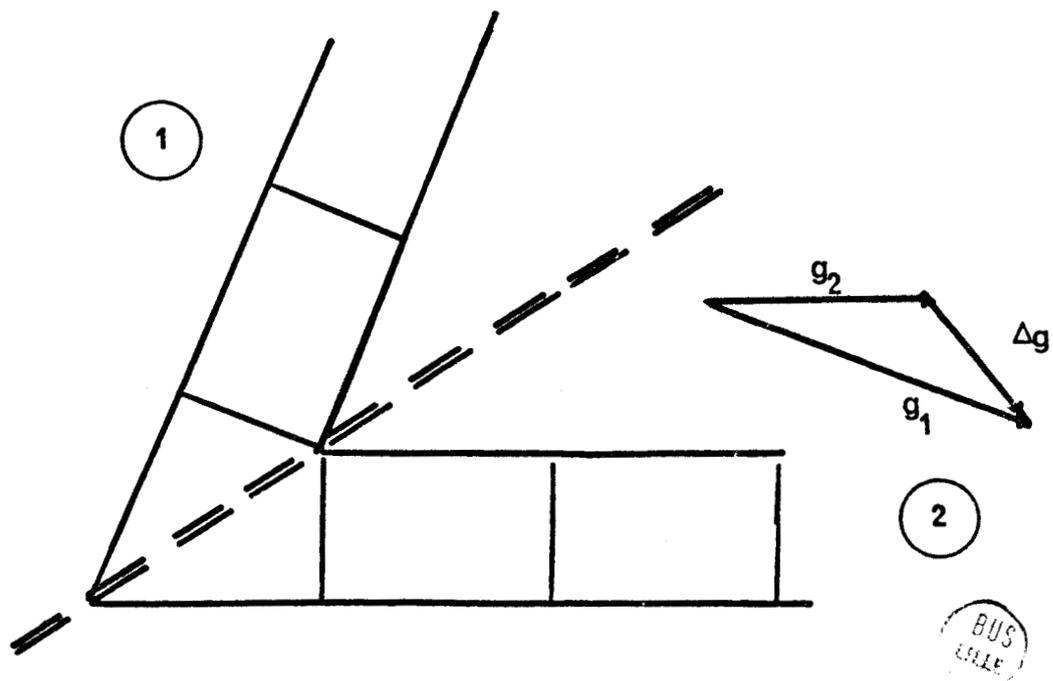


FIGURE 11

BUS
ESSE

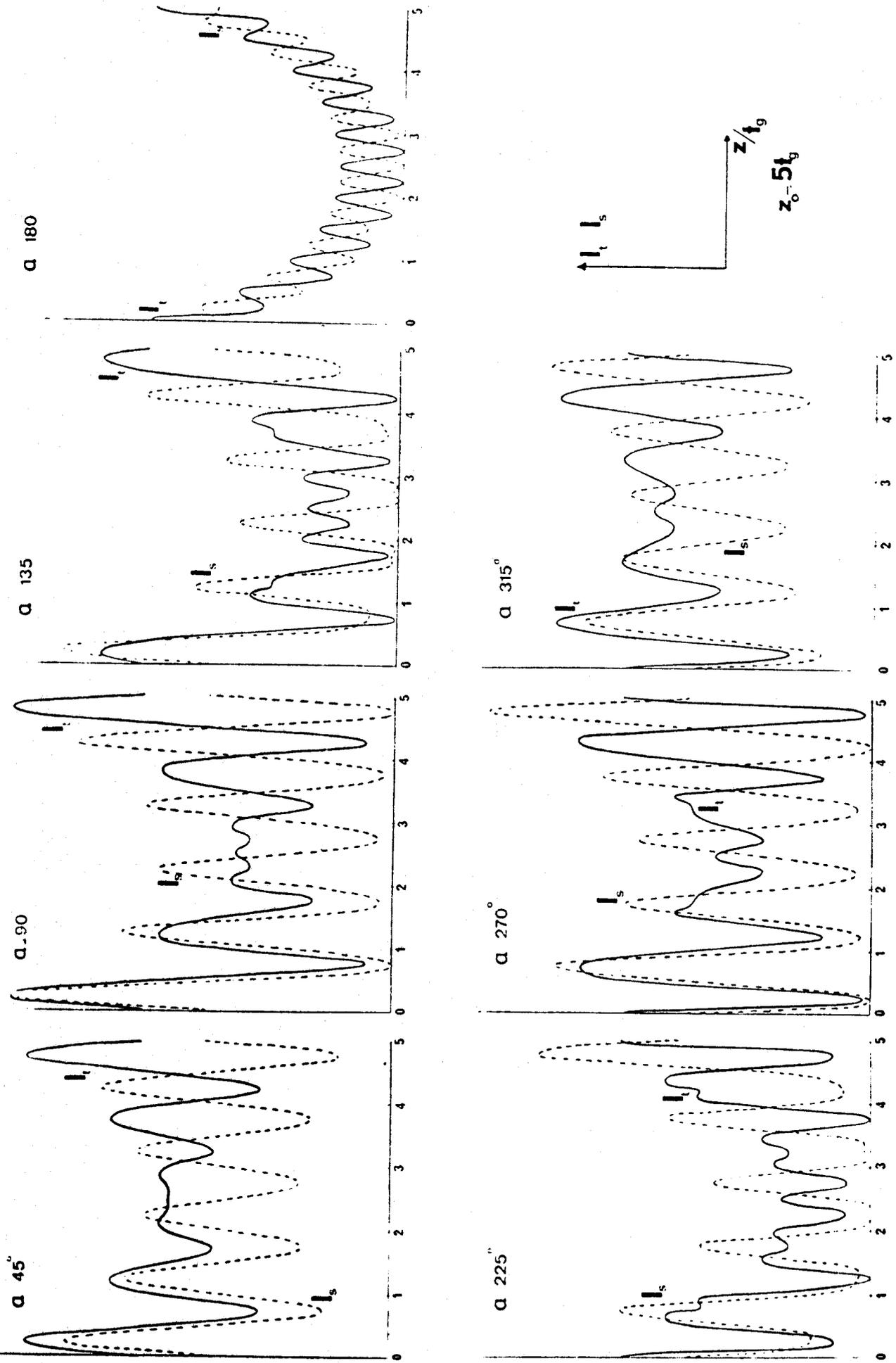


FIGURE 12a

BUS
HILL

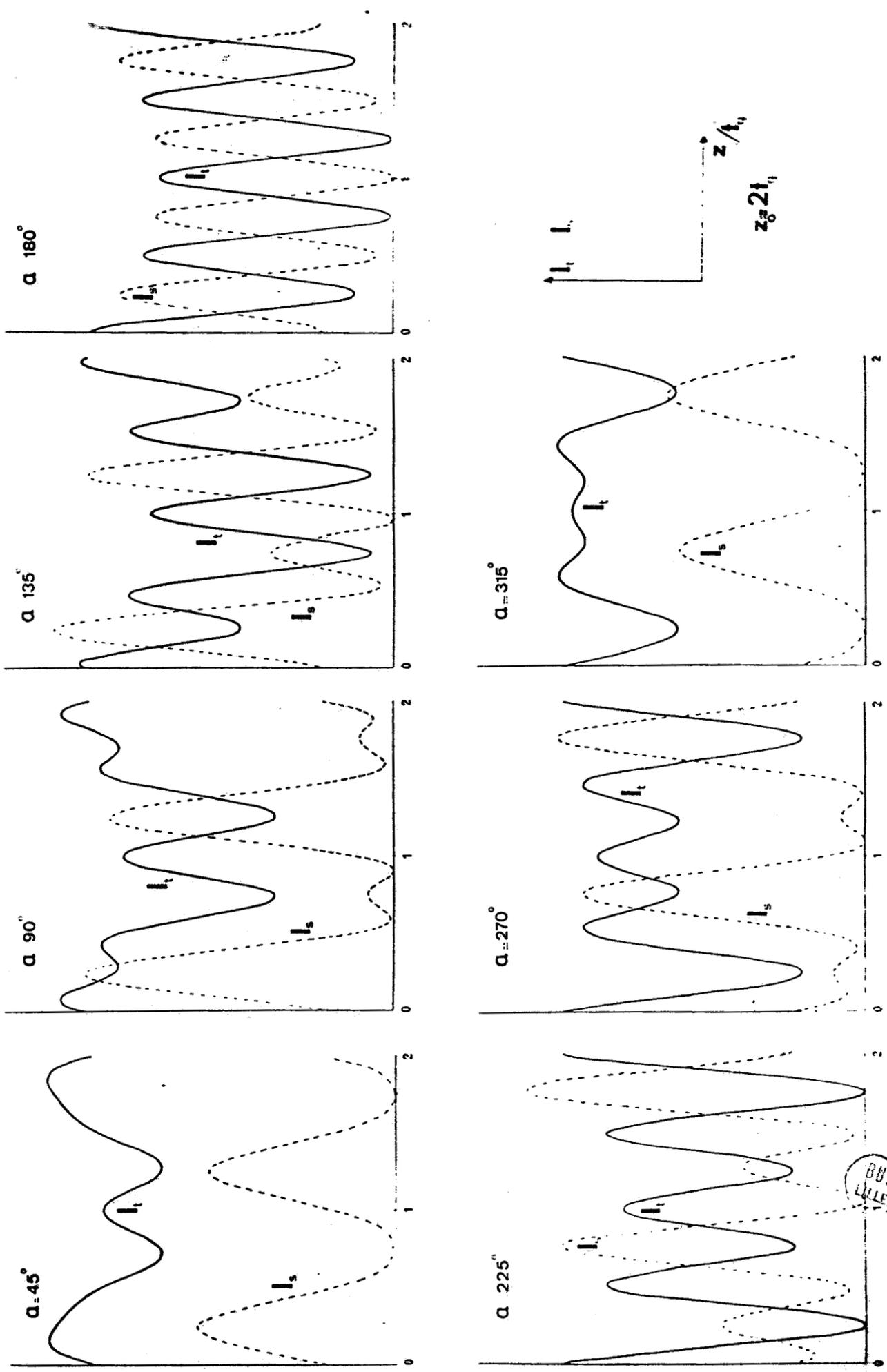


FIGURE 12 b

BUS
SPL
LILE

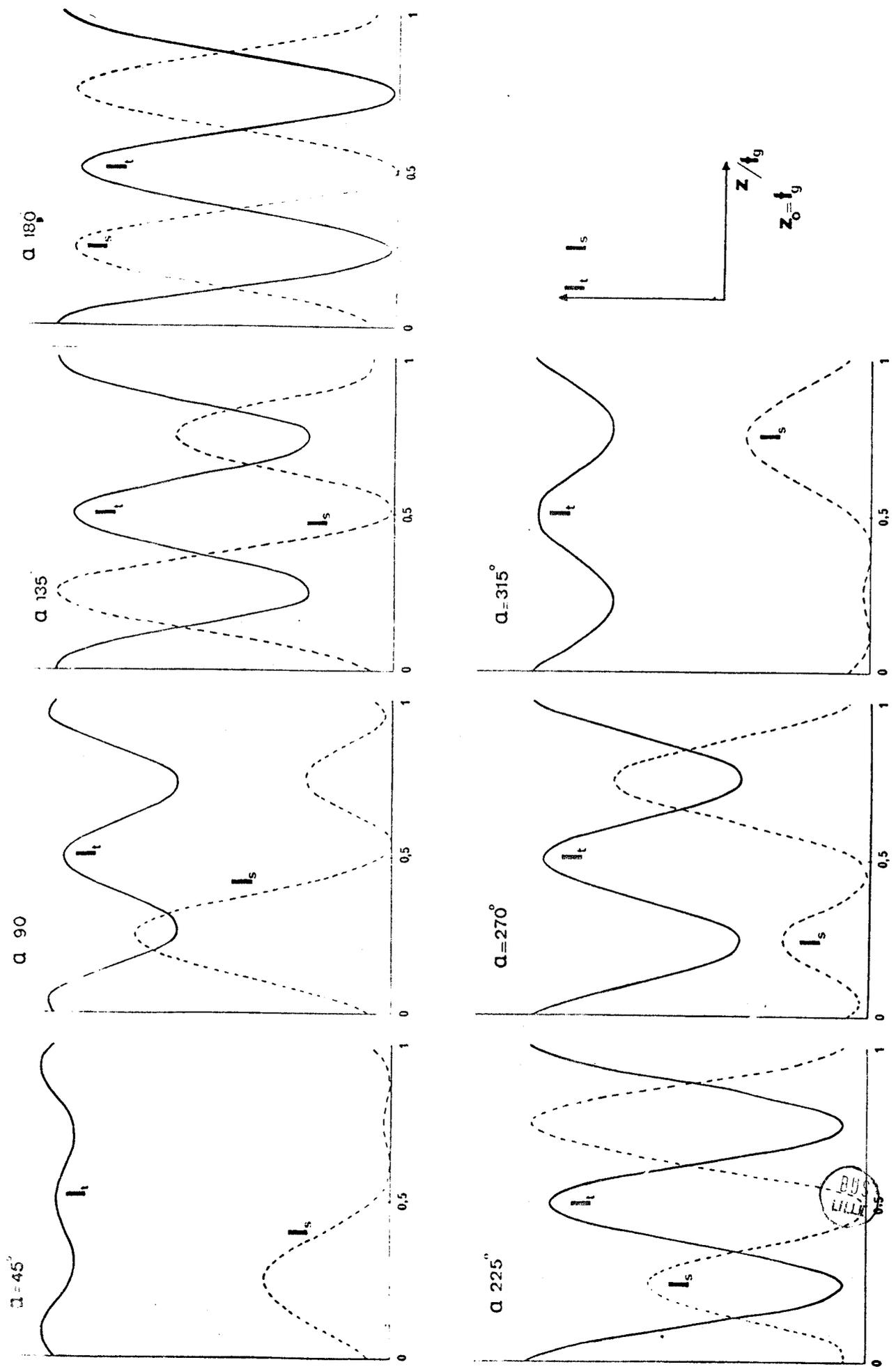


FIGURE 12 C

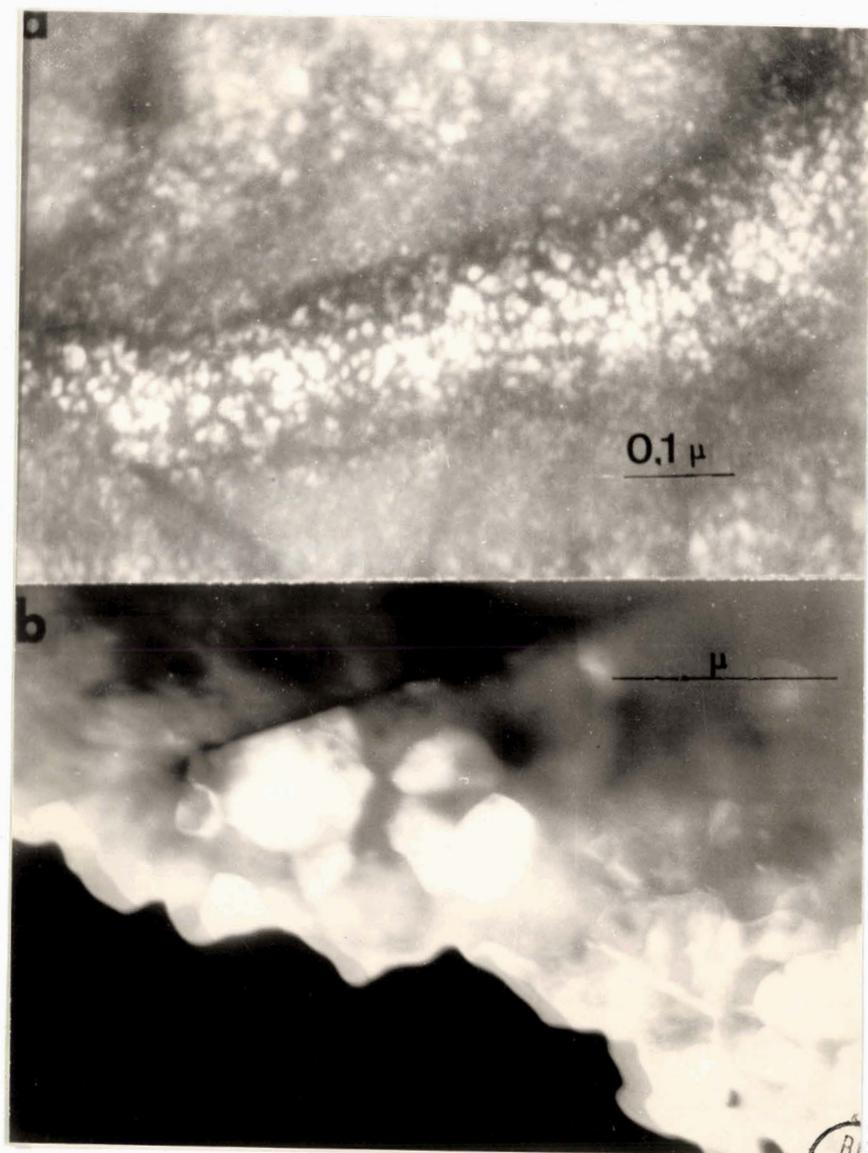


FIGURE : 13

a ECHANTILLON A

b ECHANTILLON D

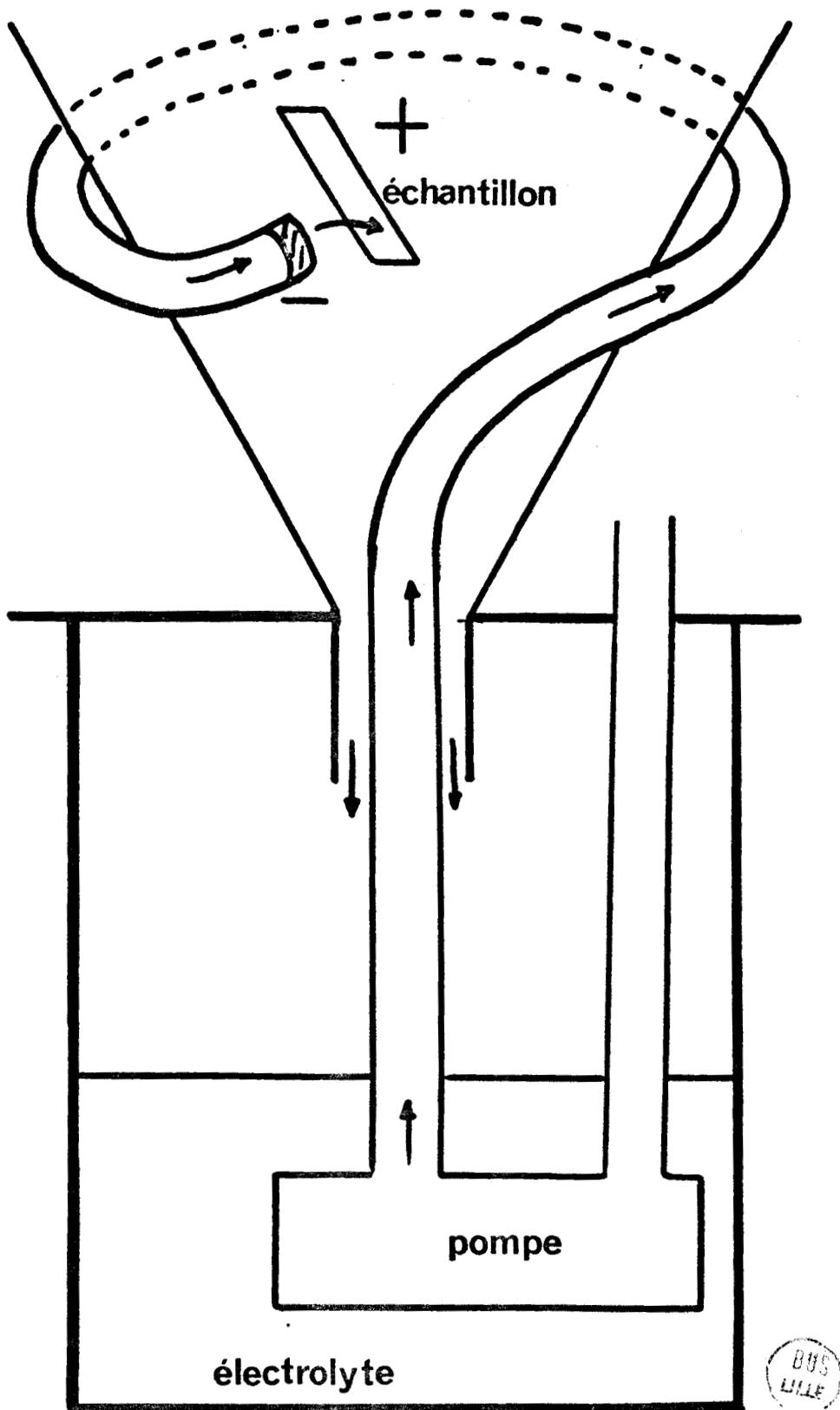
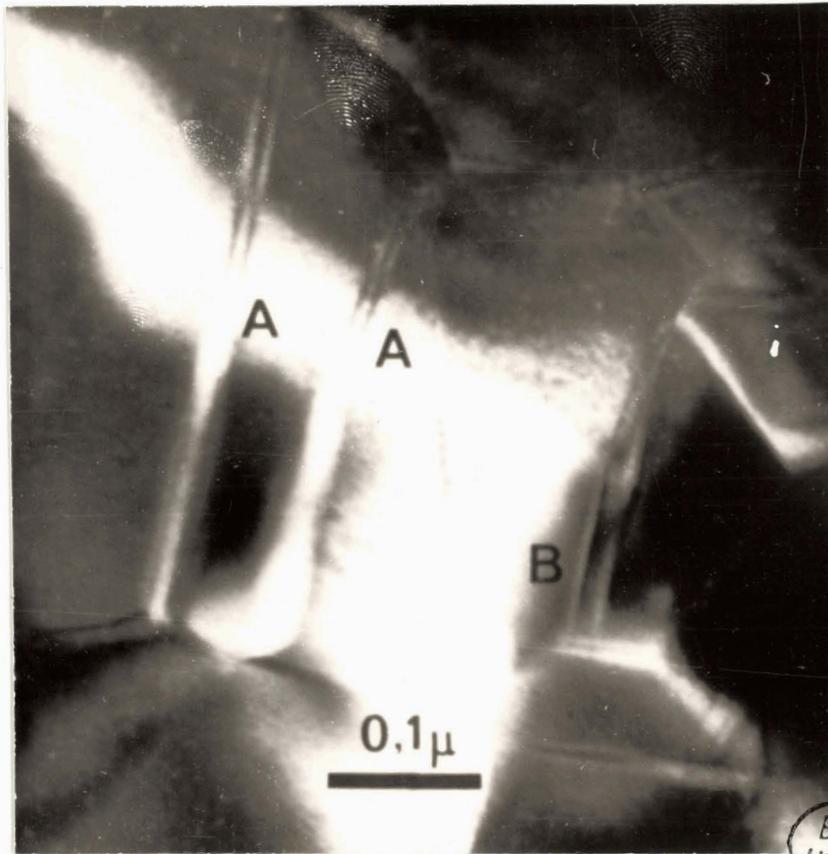


FIGURE 14



B.S.
LILLE

FIGURE 15 ECHANTILLON D

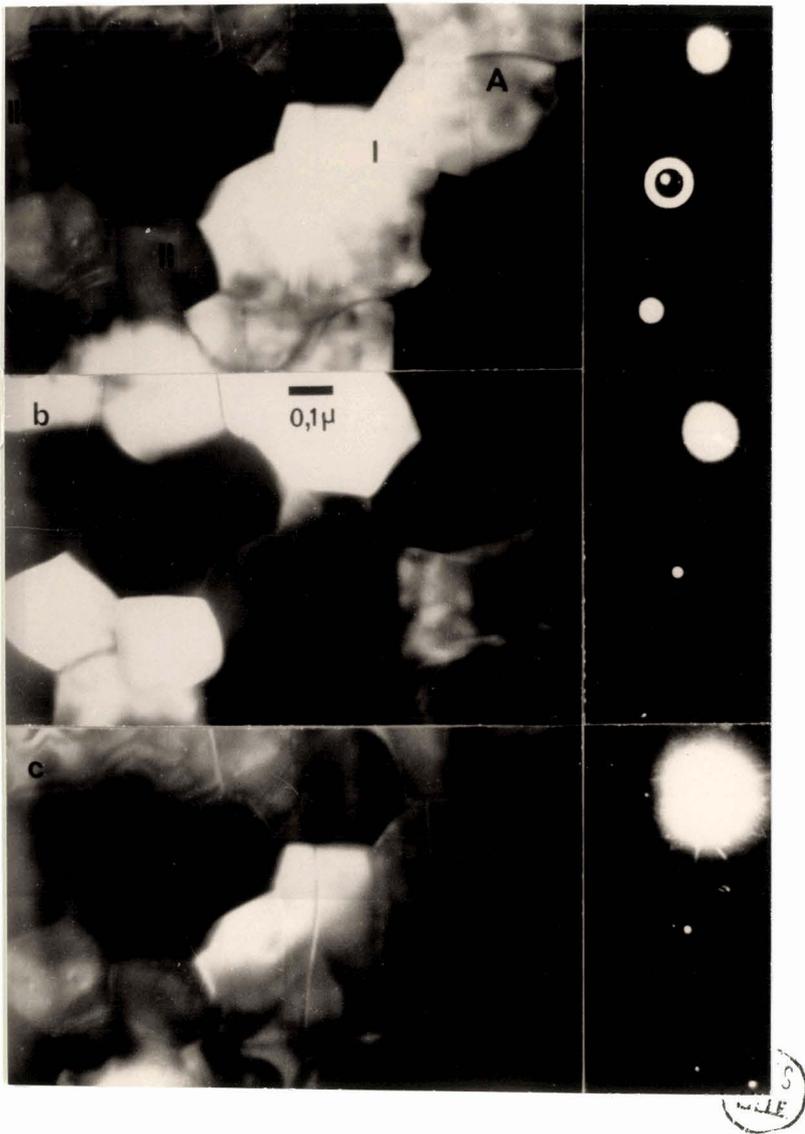


FIGURE 16 ECHANTILLON D

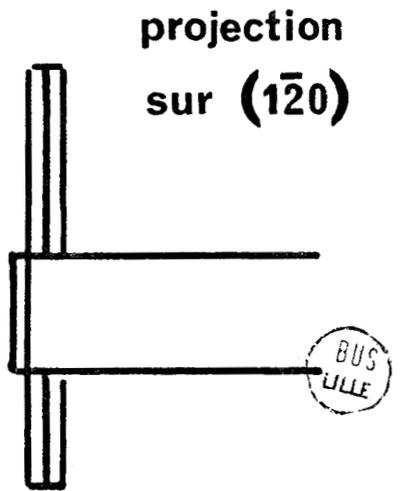
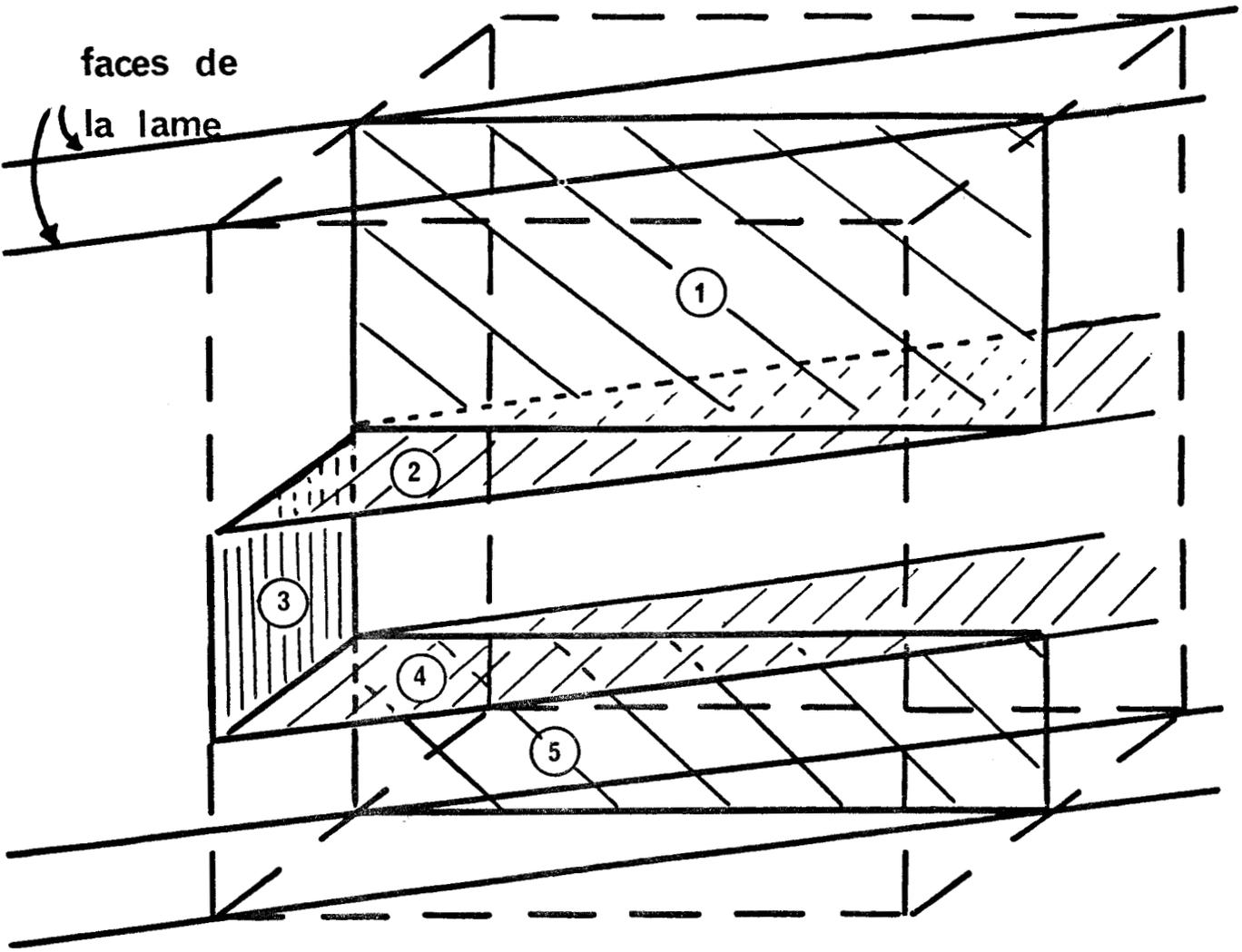
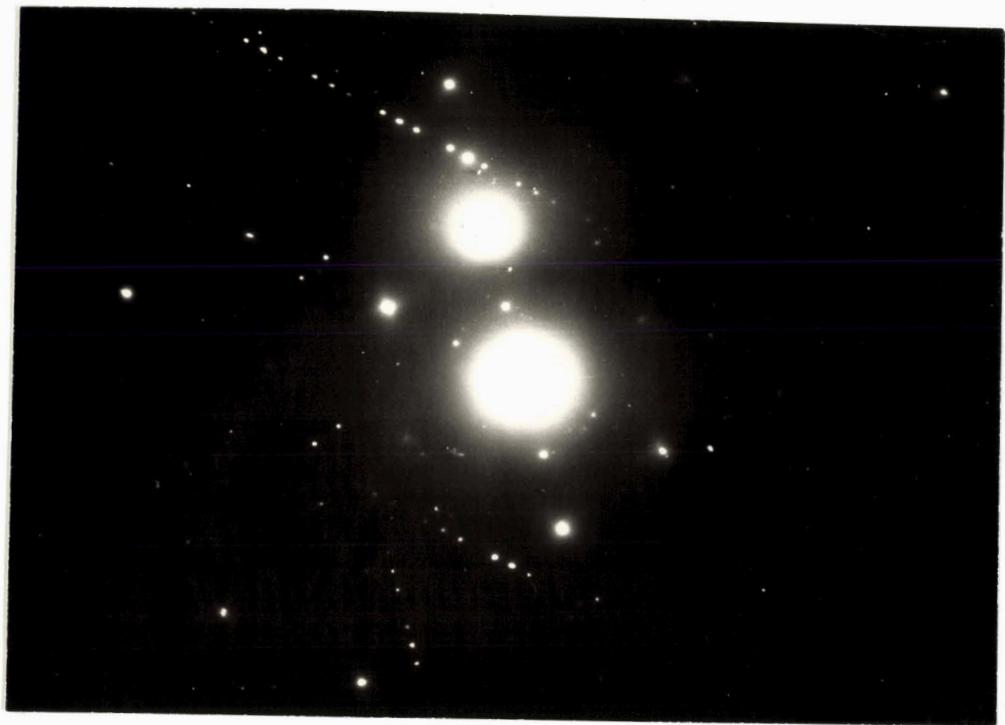


FIGURE 17



LILLE

FIGURE: 18 ECHANTILLON C

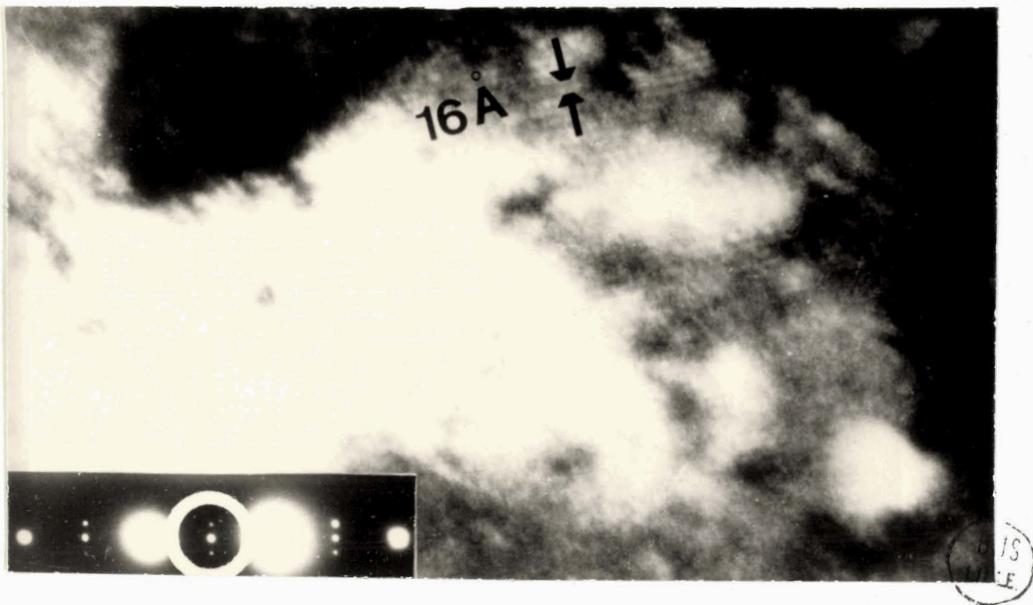
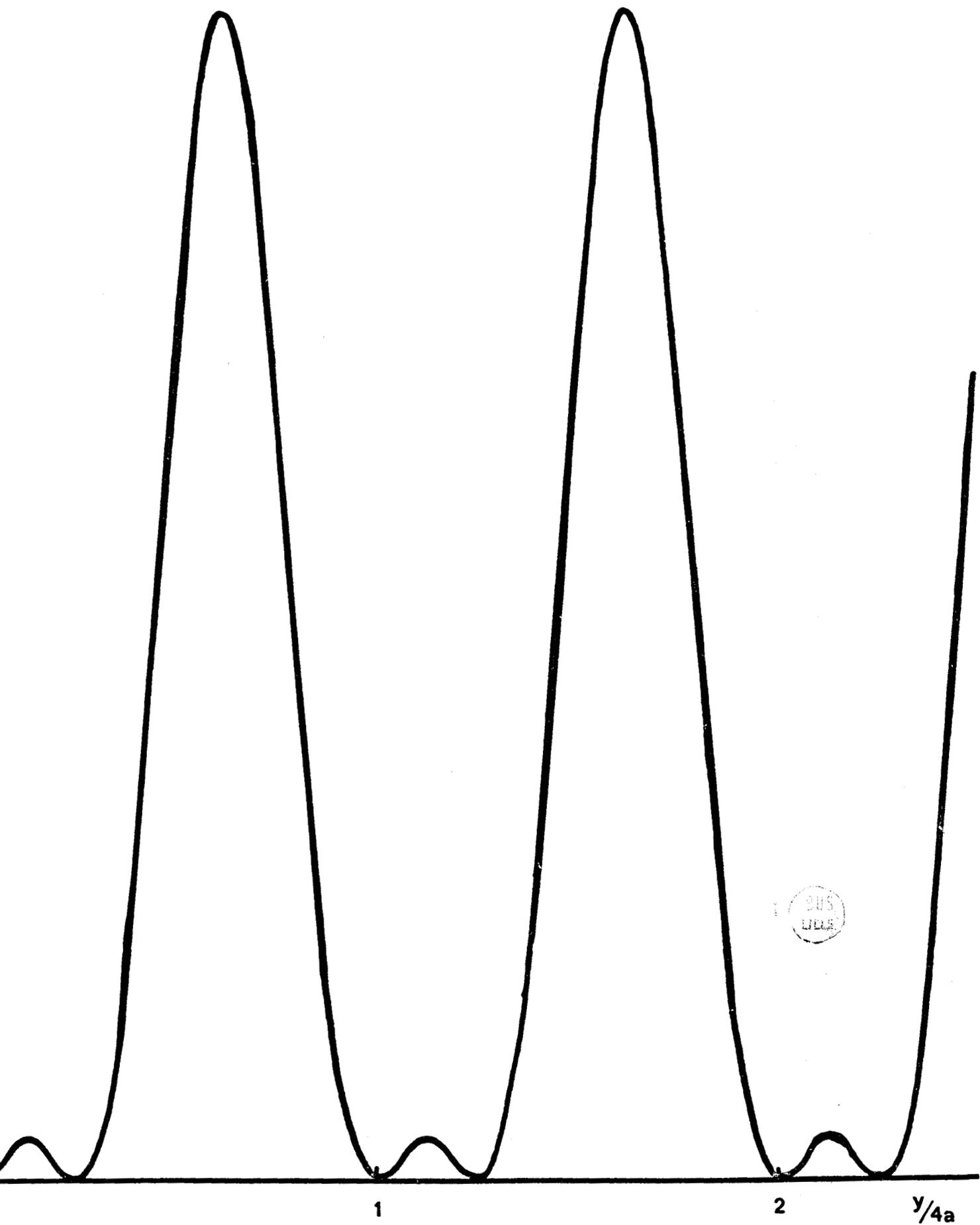


FIGURE 19 . ECHANTILLON B

y)

FIGURE 20



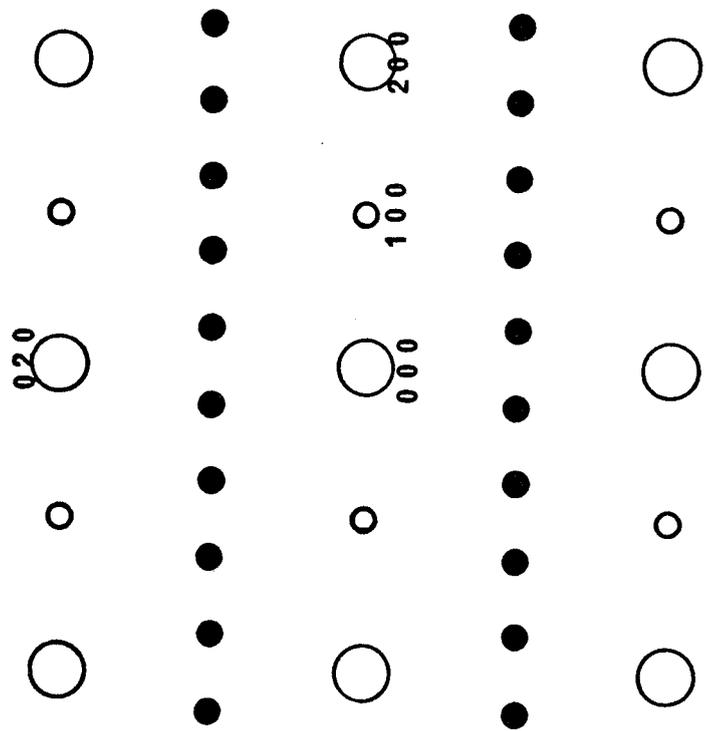


FIGURE 21a PLAN(001)*DURESEAU RECIPROQUE

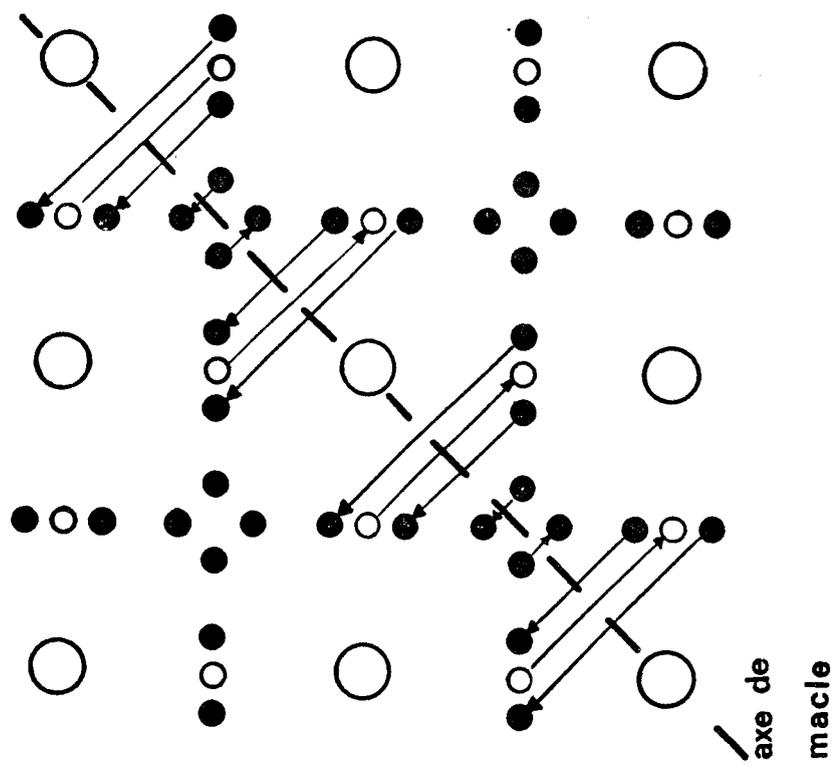


FIGURE 21b

BUS
LILLE

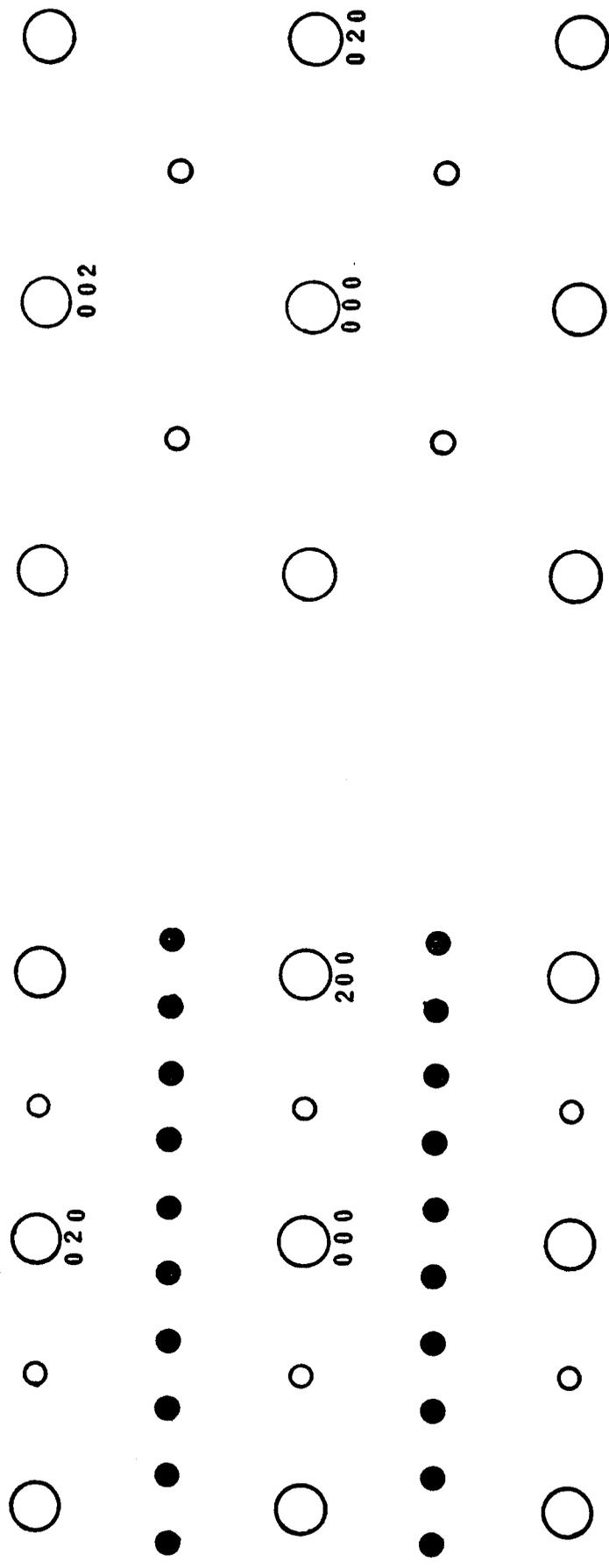


FIGURE 22a PLAN (001)* DU RESEAU RECIPROQUE

FIGURE 22b PLAN (100) DU RESEAU RECIPROQUE



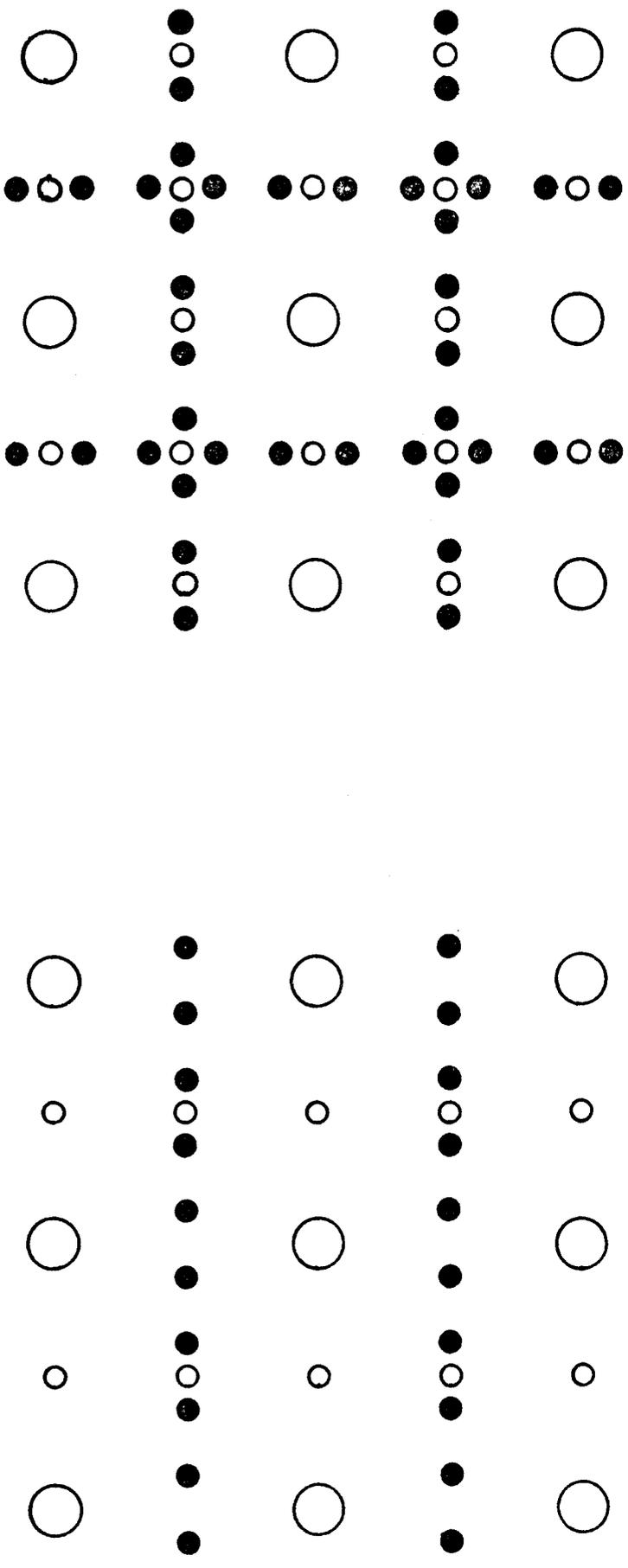


FIGURE 22c



FIGURE 22d

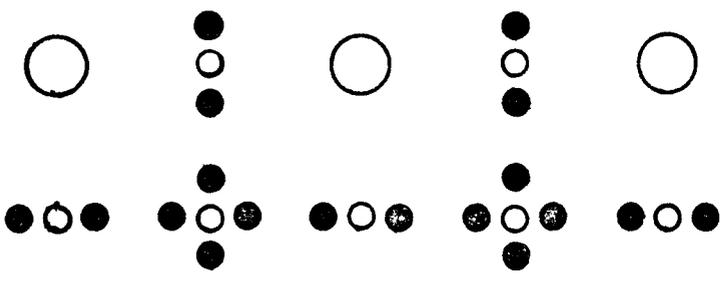


FIGURE 23a PLAN $(1\bar{2}0)^*$ DU RESEAU RECIPROQUE

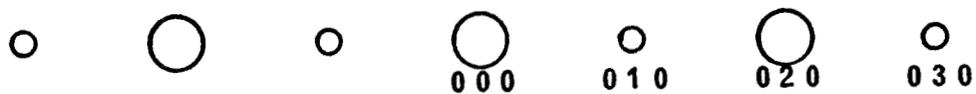
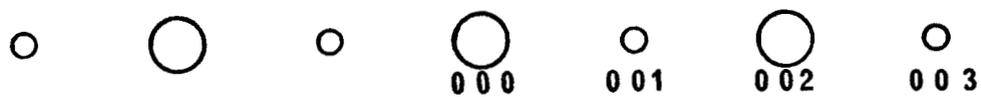


FIGURE 23b PLAN $(102)^*$ DU RESEAU RECIPROQUE

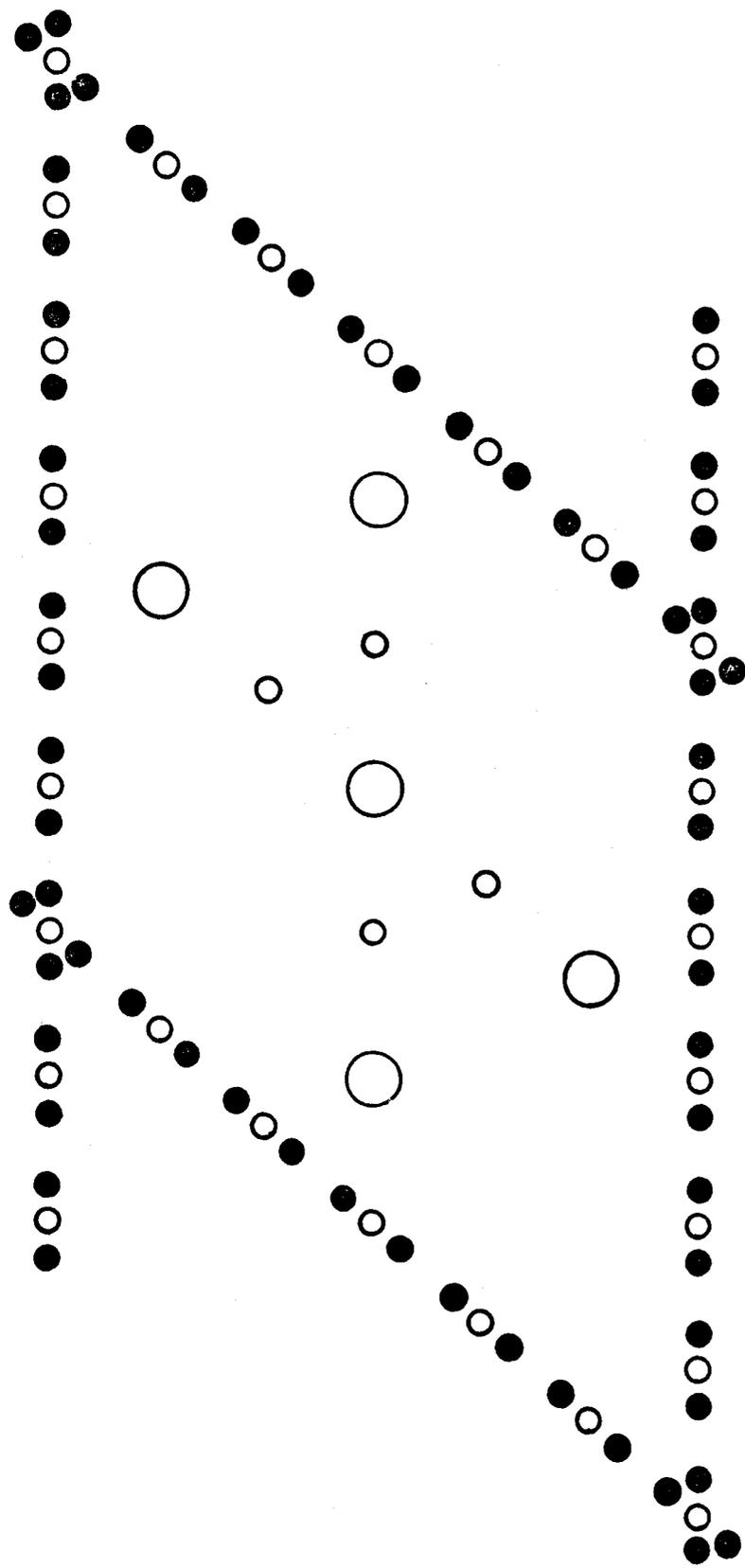


FIGURE 23c

BUS
LIFE