

50376
1978
194

UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

50376

1978

194

N° d'ordre 682

THESE

présentée à

L'UNIVERSITÉ DES SCIENCES
ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE SPECIALITÉS

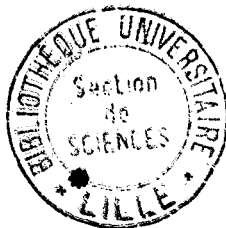
par

DENIS MENARD

*

DEFAUTS DE RESEAU

DANS LES ALUMINO-SILICATES : $Al_2O_3 - SiO_2$



Soutenue le 28 avril 1978 devant la Commission d'examen

Membres du Jury

M. PAQUET J.	Président
M. DOUKHAN J.C.	Rapporteur
M. VANLANDUYT	Examineur
M. WILLAIME	Examineur
M. KORNBRÖST	Examineur

U. E. R. DE PHYSIQUE FONDAMENTALE

A ma Femme,

REMERCIEMENTS

Le Laboratoire de structures et propriétés de l'état solide (Laboratoire associé au C.N.R.S. n° 234) m'a permis de mener à bien ce travail. Que tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à cette étude soient remerciés.

Cependant, je ne voudrais pas omettre Monsieur le Professeur ESCAIG, Directeur du Laboratoire associé, qui n'a jamais refusé la moindre discussion pour parfaire ce travail, Messieurs les Professeurs VAN LANDUYT et KORNBRÖST, Monsieur le Docteur C. WILLAIME, qui m'ont fait l'honneur d'être membres du jury, Monsieur DUCLOS qui a su m'initier à la technique du Berg-Barrett, Monsieur le Professeur FABRIES du Muséum d'Histoire Naturelle qui m'a fourni les cristaux nécessaires à ce travail.

Je remercie Monsieur le Professeur PAQUET qui a bien voulu accepter la présidence du jury et avec lequel j'ai entretenu le champ de connaissance de la géologie. Sans lui, il aurait manqué une part importante de ce travail.

Enfin, je me permets d'adresser une pensée particulière à Monsieur le Professeur DOUKHAN, sans lequel ce travail serait loin d'être ce qu'il est ; son aide dans le domaine de la physique et dans celui de la vie de tous les jours restera pendant longtemps le signe d'une amitié peu commune.

Messieurs VANDERSCHAEVE et FARVACQUE n'ont jamais refusé le moindre conseil ; leur aide doit être ici mentionnée, ainsi que celle de Madame OLIVIER qui a eu la charge de décrypter un manuscrit bien imparfait.

P L A N

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I. Le système $Al_2O_3 - SiO_2$	3
I.1 Minéralogie et cristalochimie des silicates d'alumine.	3
I.2 Diagramme de phase	3
I.3 Application du diagramme de phase.	9
CHAPITRE II. Cristallographie	10
II.1. Mailles élémentaires	10
II.2. Description ionique ou covalente des mailles et prévision des systèmes de glissement	13
II.3. Propriétés physico-chimiques	21
II.4. Macles du disthène	23
II.4.1. Cristallographie du maclage.	24
II.4.2. Cristallographie des macles du disthène.	26
CHAPITRE III. Observation en microscopie électronique d'échantillons déformés	33
III.1. Préparation des échantillons.	33
III.1.1. Origine des échantillons	33
III.1.2. Lames minces	34
III.2. Conditions d'observation.	35
III.3. Observations.	37
III.3.1. Caractérisation des dislocations observées dans le disthène	37
III.3.2. Sous-structures de dislocation obser- vées dans la sillimanite	40
III.3.3. Sous-structure observée dans l'and- ;lousite.	45
III.4. Interprétation et discussion de ces résultats	47
CHAPITRE IV. Déformation plastique du disthène.	49
IV.1. Rappels des résultats antérieurs	49
IV.2. Techniques expérimentales.	50
IV.2.1. Préparation des éprouvettes.	50
IV.2.2. Système de compression	51
IV.3. Résultats expérimentaux.	51

IV.3.1. Eprouvettes déformées à l'ambiante.	51
IV.3.2. Eprouvettes déformées à 300°C et 600°C.	53
IV.4. Discussions	53
IV.5. Observation de la sous-structure après déformation	56
IV.5.1. Observation des éprouvettes au microscope optique	57
IV.5.2. Observation de la sous-structure de dé- formation par la méthode de Berg-Barrett.	58
IV.5.2.1. Origine des contrastes.	58
IV.5.2.2. Dispositif de Berg-Barrett.	58
IV.5.2.3. Observation de la sous-structure	59
IV.5.3. Observation de la sous-structure de déformation en microscopie électronique	62
IV.5.4. Discussion.	65
IV.6. Tentative d'interprétation de la déformation du dithène par glissement des dislocations.	66
IV.6.1. Nucléation de sources	67
IV.6.2. Destruction des sources	68
IV.6.3. Sous-structure de dislocation	70

CONCLUSION	71
BIBLIOGRAPHIE	73
ANNEXES	76

INTRODUCTION

Ce travail est une introduction à l'étude des défauts de réseau des alumino-silicates de formule $Al_2O_3 - SiO_2$. Le but d'une telle étude est double :

1°) On peut espérer déduire de ces informations des connaissances supplémentaires sur les déformations géologiques qu'ont subi les roches métamorphiques qui contiennent de tels minéraux, en utilisant les concepts habituels de la déformation plastique (sous-structure de dislocations, taille cellulaire...) qui peuvent être reliés à la température et à la contrainte de déformation et reconstruire partiellement l'histoire géologique (thermomécanique) de ces roches.

2°) Les mécanismes de changement de phase dans ces minéraux sont mal connus et les diagrammes de phase sont contestés et imprécis. Il est tout à fait possible que la présence de défauts (tels que macles ou défauts d'empilement) aide le changement de phases.

On a donc cherché à préciser d'un point de vue théorique quels sont les défauts possibles, les plus faciles à créer dans des structures aussi complexes que celles de ces silicates ; on a d'autre part essayé de caractériser avec précision les défauts existant réellement, qu'ils soient introduits par des déformations naturelles ou qu'ils le soient par des déformations expérimentales. Très peu d'études ont été faites dans ce domaine et le sujet est loin d'être épuisé ; les cinématiques de transformation de phases en particulier ne sont pas encore comprises.

Les divers polymorphes du système $Al_2O_3 - SiO_2$ sont le disthène, la sillimanite et l'andalousite : ils sont considérés par les géologues comme marqueurs thermodynamiques du métamor-

phisme, c'est à dire que la présence de l'un ou plusieurs d'entre eux dans une roche indique par comparaison au diagramme de phase que cette roche a subi à un moment donné des transformations dans des conditions de température et de pression que l'on précise, au mieux, grâce à l'ensemble des minéraux marqueurs de la roche.

Dans le premier chapitre, nous faisons le point sur les données actuelles (et contradictoires parfois) concernant le diagramme de phase.

Dans le second chapitre, nous décrivons les structures cristallines des trois polymorphes ; nous utiliserons un langage différent de celui de la métallurgie physique, car il est préférable de raisonner sur des entités tétraédriques qui traduisent mieux les propriétés cristallo-chimiques.

Le chapitre III est réservé aux observations de défauts en microscopie électronique par transmission. Les résultats relatifs aux sous-structures de dislocations observées, montrent que dans les trois polymorphes nous avons des dislocations de vecteurs de Burgers $1/2 \bar{c}$ et que les plans de glissement doivent éviter de couper les chaînes d'octaèdres AlO_6 formant le squelette de ces polymorphes.

Dans le chapitre IV, nous décrivons des expériences de déformations plastiques et la sous-structure de dislocations après déformation. Nous montrons que la densité de dislocations reste faible malgré un fort pourcentage de déformations.

De toutes ces observations, nous concluons que les dislocations sont sorties du cristal après glissement. Il s'agit de savoir comment elles se sont multipliées. Nous proposons un modèle de nucléation de dislocation qui tient compte de nos observations.

CHAPITRE I.

LE SYSTEME $Al_2O_3 - SiO_2$

=====

I.1. - MINERALOGIE ET CRISTALLOCHIMIE DES SILICATES D'ALUMINE

Les silicates, constituants essentiels des roches, sont formés principalement d'Oxygène (60,5 % en poids) de silicium (20,4 %) et d'aluminium (6,4 %). La règle des rayons ioniques de Pauling prévoit que les ions Si^{4+} ($r_{Si} = 0,39 \overset{\circ}{\text{Å}}$; $r_0 = 1,32 \overset{\circ}{\text{Å}}$; $\frac{r_{Si}}{r_0} = 0,296 \overset{\circ}{\text{Å}}$) doivent se placer au centre de tétraèdres d'ions O^{2-} . Dans ces tétraèdres les liaisons Si - O sont très fortes et dirigées, de sorte que les silicates doivent être considérés comme des cristaux iono-covalents { 1 }

On décrit et on classe généralement les silicates en examinant l'arrangement des tétraèdres SiO_4 - qui peuvent soit être séparés, soit se toucher par leurs sommets, formant ainsi des chaînes, des feuillets et même des charpentes tridimensionnelles. Les propriétés mécaniques des silicates dépendent beaucoup de l'arrangement des tétraèdres dans la structure cristalline.

Pour les ions Al^{3+} , les règles de Pauling indiquent qu'avec $r_{Al} = 0,57 \overset{\circ}{\text{Å}}$, $\frac{r_{Al}}{r_0} = 0,43$ l'ion Al est à la limite entre les coordinances 4 et 6 , on peut donc le trouver soit au centre de tétraèdres $(AlO_4)^{5-}$ soit au centre d'octaèdres $(AlO_6)^{9-}$. Les polymorphes du système Al_2SiO_5 appartiennent à la famille des néo-silicates ou silicates à tétraèdres isolés, ce qui signifie pour les propriétés mécaniques que les dislocations pourraient glisser sans couper de liaisons fortes Si - O.

I.2. - DIAGRAMME DE PHASE

Le système $Al_2O_3 - SiO_2$ contient les polymorphes (Andalou-site, sillimanite, disthène) avec un point triple dans le diagramme

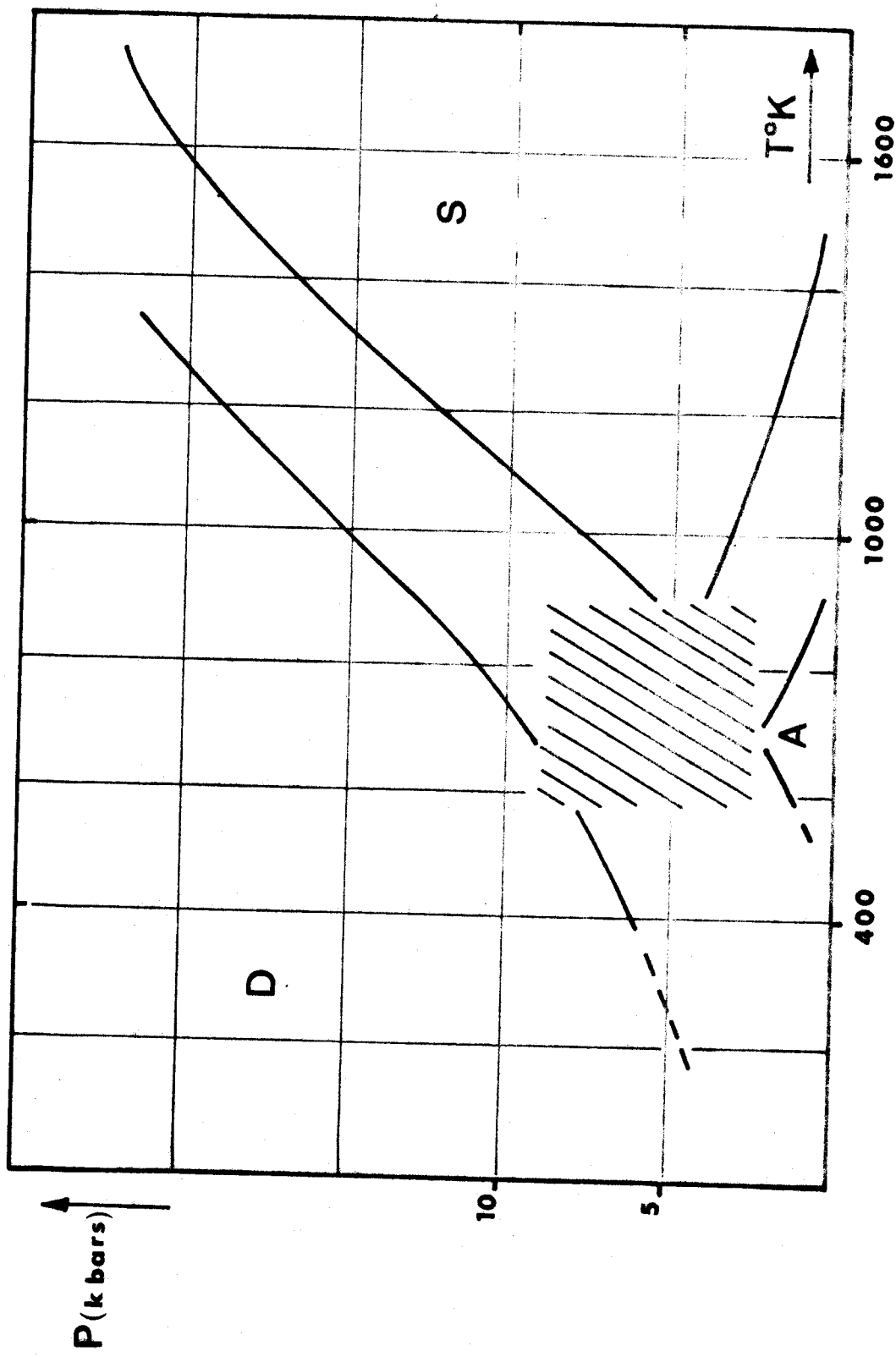
pression - température Fig. 1. Ces polymorphes, déterminant chacun en principe un domaine de température et de pression, sont habituellement considérés comme des marqueurs thermodynamiques du métamorphisme *

Le diagramme de phase de $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ a été étudié tant du point de vue expérimental {2 à 10} que théorique (calculs thermodynamiques basés sur des mesures d'enthalpie de formation {11}). Les travaux les plus récents, qui sont ceux d'ALTHAUS (1969) {3}, de RICHARDSON, GILBERT et BELL (1968) et (1969) {5, 6}, de NEWTON (1966) {4} avaient pour but la détermination des domaines d'équilibre des trois polymorphes et de la position du point triple. Ils résument également l'ensemble des données expérimentales antérieures. Seuls les travaux récents cités au-dessus sont comparables entre eux car ils étudient les courbes univariantes en ne faisant intervenir que deux polymorphes à la fois. Le matériau de départ pour ces expériences est constitué de deux des minéraux du système $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ finement broyés en grains de 1 à 20 μ en quantité égale pour NEWTON et pour RICHARDSON, GILBERT et BELL et en proportions différentes pour ALTHAUS. La croissance d'une phase par rapport à l'autre est détectée par comparaison des hauteurs de pics des diffractogrammes avant et après l'expérience.

Dans les travaux antérieurs, on partait soit de l'ensemble des trois polymorphes, soit d'autres minéraux supposés redonner l'un au moins des trois polymorphes, mais ces expériences ont conduit à des résultats très contradictoires. Ceci conduisit ALTHAUS {3}, NEWTON {4}, RICHARDSON et ses collaborateurs {5, 6} à reprendre ces expériences en minimisant le nombre de paramètres.

Malgré ces précautions, il subsiste d'importants désaccords (ou imprécisions) entre ces différents auteurs et même entre les différents essais d'un même auteur.

* métamorphisme : ensemble des processus physico-chimiques qui se produisent dans les roches à l'état solide lors d'un changement de température et de pression.



BUS
LILLE

Fig. 1 : Diagramme de phase du système $Al_2O_3 - SiO_2$

Nous avons reporté les courbes expérimentales limites observées
 Le point triple se trouve suivant les différents auteurs dans
 le carré hachuré.

Plusieurs explications ont été proposées pour rendre compte de ces désaccords :

1°) Incertitudes sur la valeur de P dues à l'appareillage utilisé

La pression hydrostatique est obtenue par milieu solide (talc) dans l'expérience de NEWTON {4}. Par cette technique la pression est inhomogène dans la chambre et sa valeur imprécise, car elle est calculée à partir de la pression appliquée. RICHARDSON, GILBERT et BELL {5, 6} ont utilisé un appareil où la pression est obtenue par milieu gazeux, ce qui permet une mesure exacte de la pression du milieu dans la chambre. ALTHAUS {3} a déterminé la courbe d'équilibre Andaloussite - Sillimanite avec un appareil à pression transmise par fluide mais il ne pouvait mesurer directement la pression que jusqu'à 8 k bars ; au-dessus, la pression étant estimée à partir de la force appliquée sur la chambre.

2°) Rôle des impuretés

ALTHAUS {3} trouve que la présence d'impuretés, même en très faible quantité, affecte les relations d'équilibre entre les polymorphes et il interprète ce fait par les très faibles différences d'entropie et d'énergie libre entre les trois phases. Parmi les impuretés les plus fréquentes, le fer se substitue aisément à l'aluminium. Il note également qu'un excès de quartz dans le matériau de départ influence la direction de la réaction.

3°) Désordre structural

Dans le cristal parfait les tétraèdres SiO_4 et AlO_4 sont arrangés de façon alternée. Cependant, leur ordre peut être perturbé aisément, comme on le verra dans l'étude détaillée des structures cristallines. (La mullite serait ainsi de la sillimanite mal ordonnée) {12}. Un tel désordre pourrait se produire à

haute température et affecter le diagramme de phase. {13}

4°) Effet de l'eau

Il est contreversé. En 1968 RICHARDSON, GILBERT et BELL {5} déterminent l'équilibre disthène - sillimanite entre 700° et 1500°C ; ils concluent qu'il n'y a pas de différences importantes entre des expériences réalisées avec des produits de départ "secs" et celles réalisées en présence de 20 à 50 % d'eau. Leur conclusion est confirmée par la mesure en R X des paramètres de réseau d'échantillons de sillimanite et de disthène synthétisés en atmosphère humide. Ils ne trouvent pas de différences avec les paramètres des échantillons qu'ils utilisent dans leurs expériences. En 1969 {6} lorsqu'ils étudient l'équilibre disthène - andalousite, ils trouvent de grands changements suivant la tenue en eau des mélanges de départ. Les capsules contenant 20 à 30 % d'eau, indiquent des transformations complètes en l'un des polymorphes. Les capsules contenant 4 à 5 % d'eau montrent seulement un changement peu important par rapport au mélange de départ. Contrairement à leurs résultats de l'année précédente, ils concluent cette fois que la présence d'eau influence la transformation de phase.

5°) Influence de la taille de grain

La plupart des expériences ont montré que lorsque le produit de départ est une phase pure, on n'obtient aucune transformation de phase quelles que soient les conditions de température et de pression. Ceci est sans doute dû à une nucléation très difficile de germes de taille critique.

En effet, la création d'un germe sphérique de rayon r de la nouvelle phase β au sein de la matrice α entraîne un accroissement d'enthalpie libre :

$$\Delta G = -\frac{4}{3} \pi r^3 (g_\beta - g_\alpha) + 4 \pi r^2 \gamma$$

γ = énergie d'interface $\alpha - \beta$

$\Delta G (r)$ est reporté Figure 2. On voit que la transformation exige la présence d'au moins un germe de taille

critique $r^* = \frac{2 \gamma}{g_\beta - g_\alpha}$

La probabilité de formation d'un tel germe est :

$\exp -\frac{\Delta G^*}{kT}$, elle peut être très faible si ΔG^* est grand.

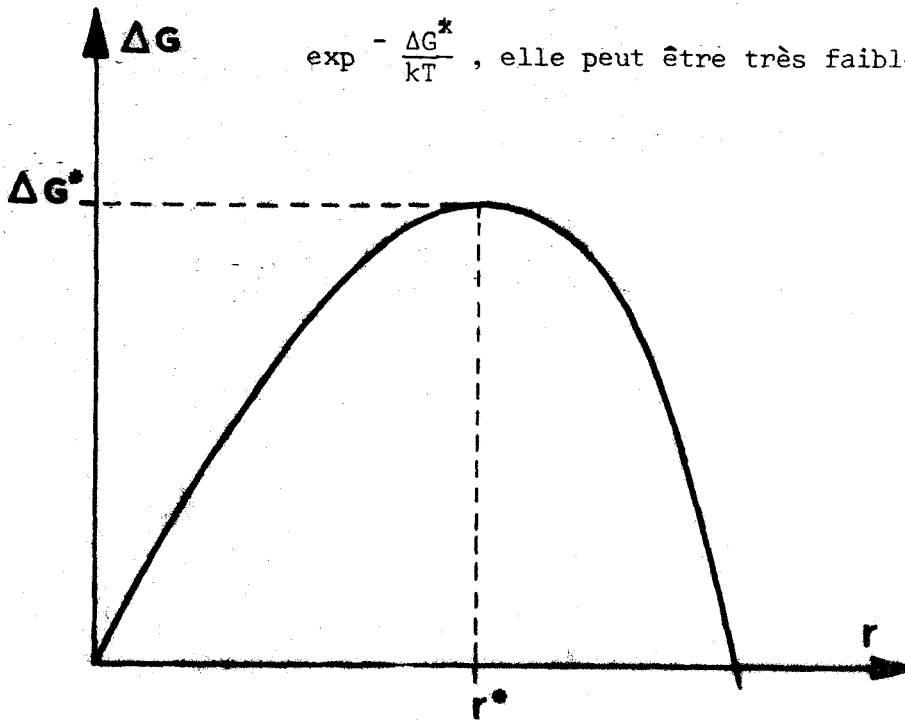


Fig. 2 Courbe de variation d'énergie en fonction de r

Dans les travaux récents déjà cités, le produit de départ est toujours un mélange de deux des polymorphes finement broyés, ce qui élimine le problème de nucléation. Cependant la taille de grain influe encore sur la croissance de la nouvelle phase (le temps nécessaire pour une transformation complète dépend évidemment de la distance entre germes).

Enfin NEWTON {4} a remarqué qu'en abrasant le matériau de départ, il obtenait un meilleur rendement de la transformation. Comme l'abrasion consiste à introduire des défauts de réseau (dislocations, macles...), il n'est pas impossible que la présence de ces défauts aide la transition de phase. La différence dans le contenu en défauts des matériaux de départ des différents auteurs pourrait être une origine supplémen-

taire de désaccords.

I.3. - APPLICATION DU DIAGRAMME DE PHASE

L'utilité des trois polymorphes Al_2O_3 SiO_2 en tant que marqueurs de température et de pression est évidente dans l'étude des séries métamorphiques à condition que :

- 1) Ces polymorphes soient encore présents dans les roches à l'affleurement qui sont dans des conditions normales de température et de pression.
- 2) Les transitions aient effectivement eu lieu (et aient été complètes), ce qu'autoriseraient les temps géologiques.
- 3) Que les déformations tectoniques qui introduisent des défauts n'affectent pas de façon sensible le diagramme de phase.

On peut craindre que ces conditions soient incompatibles dans certains cas. Si les temps géologiques sont assez longs pour permettre une transition d'un polymorphe en l'autre à haute température, la transition inverse pourrait se produire au cours d'un refroidissement lent. Inversement si la condition 1 est réalisée, on n'est pas sûr que la condition 2 l'ait été. Enfin, si la condition 3 n'est pas réalisée, c'est le principe même de l'utilisation du diagramme de phase en géologie qui serait remis en cause.

C'est en vue de cette application géologique que des pétrologistes comme NEWTON, ALTHAUS, RICHARDSON et COLL ont essayé de préciser le diagramme de phase. Pour notre part, nous avons essayé de comprendre l'influence possible des défauts en étudiant d'abord les défauts eux-mêmes dans les divers polymorphes.

CHAPITRE II.

CRISTALLOGRAPHIE

Dans ce chapitre, nous décrirons d'abord les mailles des trois polymorphes du système $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$. Comme nous avons affaire à des cristaux iono-covalents d'un point de vue cristallographique, on peut les décrire soit comme des composés purement ioniques, avec un sous réseau cationique et un sous réseau anionique ; soit comme des covalents constitués par des assemblages de tétraèdres et octaèdres. En s'appuyant sur ces conditions extrêmes, on essaiera dans la deuxième partie de ce chapitre de déduire d'une façon théorique les défauts et les systèmes de glissement possibles de ces structures. Enfin, dans la dernière partie, on rappellera les propriétés physico-chimiques.

II.1. - MAILLES ELEMENTAIRES

* Disthène :

La structure du disthène a été analysée par St NARAY-SZABO, W.H. TAYLOR et W.W. JACKSON {14} et plus récemment par C.W. BURHAM {15}. Elle est triclinique avec 4 Al_2SiO_5 par maille élémentaire. La structure est centrosymétrique. Le groupe spatial est $P\bar{1}$, la densité 3,60.

Les paramètres sont :

$$\begin{aligned} a &= 7,10 \text{ \AA} & ; & & b &= 7,74 \text{ \AA} & ; & & c &= 5,57 \text{ \AA} \\ \alpha &= 90^\circ 5' & ; & & \beta &= 101^\circ 2' & ; & & \gamma &= 105^\circ 44' \end{aligned}$$

La Figure 3 représente la projection de la structure du disthène suivant $[001]$ (qui n'est pas perpendiculaire au plan de base (001))

* Sillimanite :

La structure de la sillimanite a été déterminée par TAYLOR {16} ; reprise ensuite par HEY et affinée par BURHAM {17}. La maille est orthorhombique contenant 4 Al_2SiO_5 avec le groupe spatial Pbnm et une densité = 3,25.

Les paramètres sont :

$$a = 7,44 \text{ \AA} ; b = 7,59 \text{ \AA} ; c = 5,65 \text{ \AA}$$

La Figure 4 représente la projection de la structure de la sillimanite sur le plan (001).

* Andalousite :

La structure a été analysée par BURHAM [17]. La maille est orthorhombique contenant 4 Al_2SiO_5 par maille élémentaire, le groupe spatial est Pnm, densité 3,15.

Les paramètres sont :

$$a = 7,78 \text{ \AA} ; b = 7,92 \text{ \AA} ; c = 5,57 \text{ \AA}$$

La Figure 5 représente la projection sur (001) de la structure de l'andalousite.

Tous les polymorphes du système $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ (incluant la mullite) peuvent être décrits comme étant construits autour de chaînes d'octaèdres AlO_6 parallèles à l'axe \bar{c} et reliées les unes aux autres par des octaèdres AlO_6 et des tétraèdres SiO_4 et AlO_4 en accord avec les règles de Pauling pour les rayons ioniques.

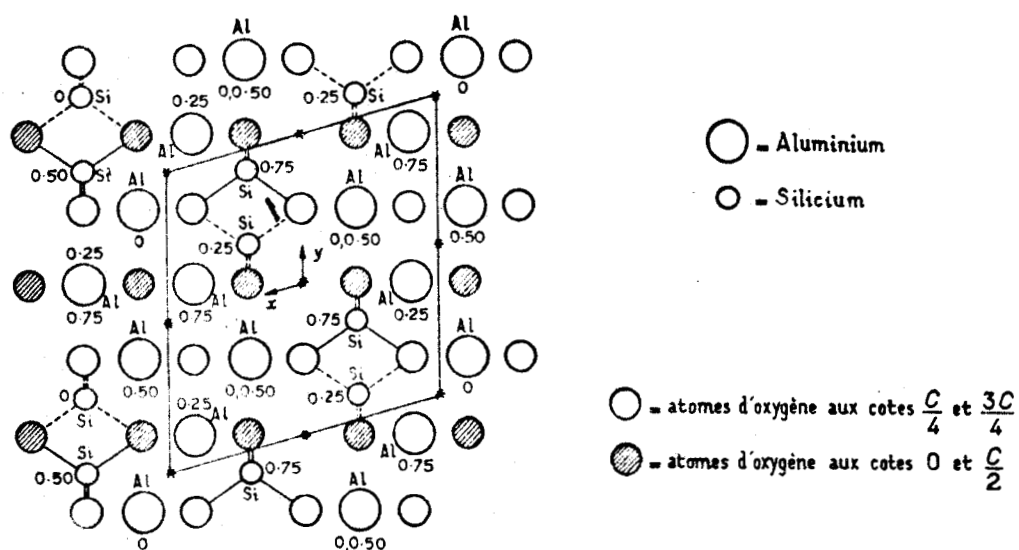


Fig. 3 : Structure du disthène projetée suivant \bar{c} (d'après ST NARAY-SZABO et COLL)

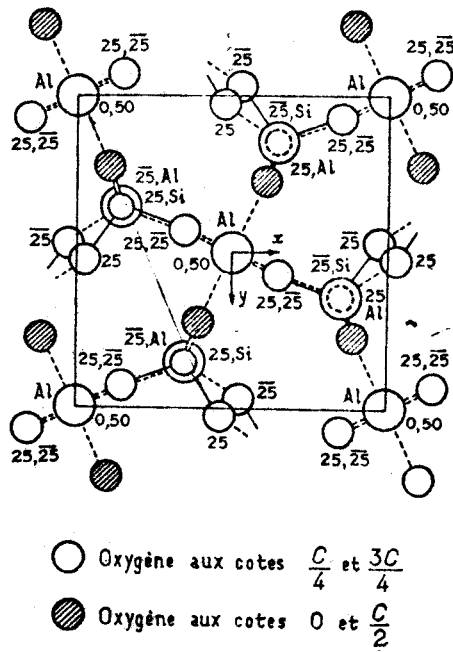


Fig. 4 : Structure de la sillimanite projetée sur (001)

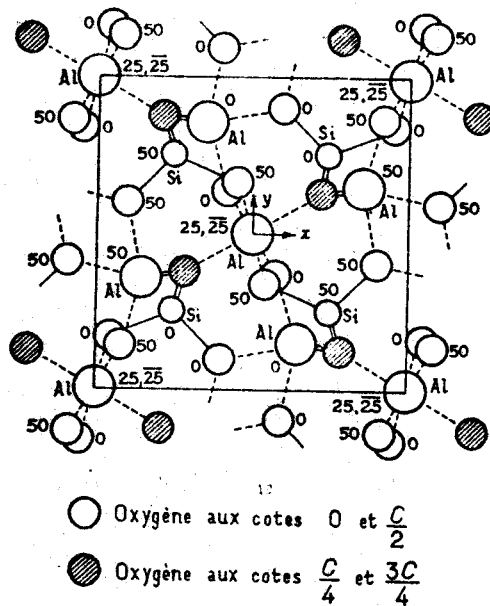


Fig. 5 : Projection sur (001) de la structure de l'andalousite



I.2. - DESCRIPTION IONIQUE OU COVALENTE DES MAILLES ET PREVISION DES SYSTEMES DE GLISSEMENT

Pour prévoir les systèmes de glissement, il faut des représentations simplifiées des mailles. On peut soit considérer ces cristaux comme purement ioniques et formés de deux sous-réseaux (anionique et cationique), soit comme covalents et constitués d'octaèdres et tétraèdres.

* Disthène :

BRAGG et WEST {18} ont noté la grande similitude du disthène avec un réseau CFC légèrement déformé. Dans le sous-réseau anionique CFC, les cations Al et Si occupent respectivement des sites octaédriques et tétraédriques.

La relation entre les vecteurs fondamentaux du réseau cubique à faces centrées d'oxygène et du réseau triclinique du disthène est :

$$\bar{a}_D = 3/2 \bar{a}_{CFC} - 1/2 \bar{b}_{CFC} + \bar{c}_{CFC}$$

$$\bar{b}_D = 2 \bar{b}_{CFC}$$

$$\bar{c}_D = -\bar{a}_{CFC} + \bar{c}_{CFC}$$

L'indice D représente la maille du disthène et l'indice CFC, la maille du pseudo CFC d'oxygène.

Dans les CFC, les plans de glissement étant les plans {111}, nous décrirons la structure du disthène en considérant la séquence des plans (111) du pseudo CFC qui correspondent aux plans (110)_D du disthène Fig. 6 {19}.

Les plans d'oxygène s'empilent suivant la séquence standard ABC ABC... Les ions Al³⁺ qui occupent des sites octaédriques se trouvent dans des plans notés α, β, γ, de telle manière qu'un site de type α soit identique à celui d'un type A, β à celui d'un type B et γ à celui d'un type C (γ étant entre A et B et ainsi de suite). Les ions Si⁴⁺ qui occupent des sites tétraédriques, se trouvent dans des plans notés a, b, c avec une position a de même nature que A ou α, et a étant entre B et γ et ainsi de suite. Les plans α, β, γ et a, b, c ne sont pas complètement occupés. Pour les plans d'Al le taux d'occupation est successivement 3/5, 1/5, 3/5, 1/5 de telle manière que nous écrivons la séquence de ces plans : α₁, β₃, γ₁, α₃, β₁, γ₃, α₁, β₃....

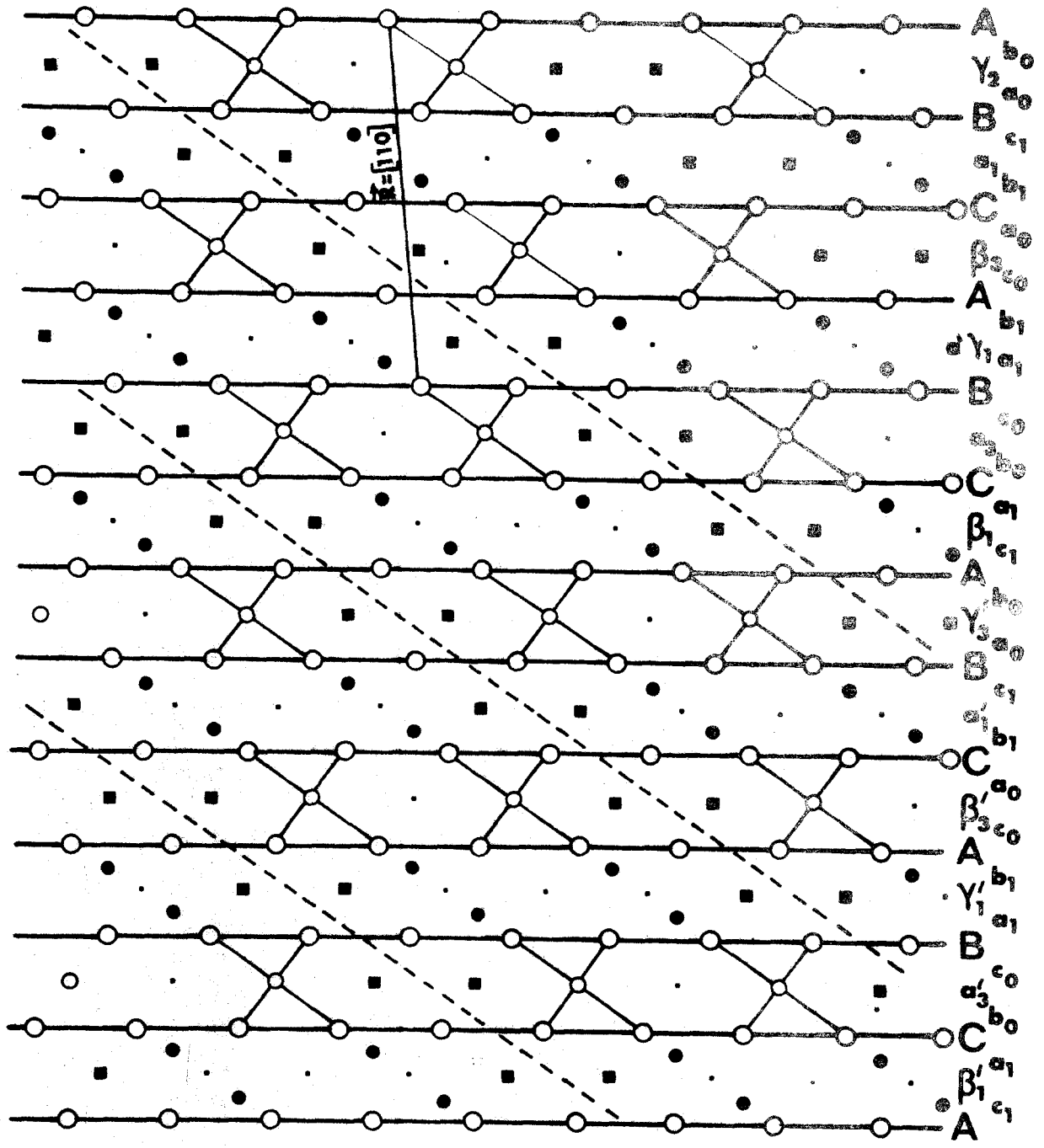


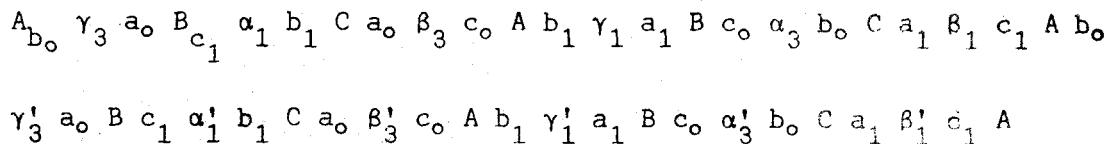
Fig. 6 : séquence des plans $(111)_{\text{CFC}}$ qui correspondent au plan $(110)_D$.

- : rangée complète d'ions Al
- : rangée à moitié pleine d'ions Al
- : rangée vide
- : rangée à moitié pleine d'ions Si
- : plan de glissement $(100)_D$

Ces indices se réfèrent à des occupations de 1/5 et 3/5. Deux plans tels que α_3 et α'_3 sont presque identiques : tous les deux sont de type α avec la même occupation (3/5 dans le cas de notre exemple), mais dans ces plans d'Al, il y a des rangées parallèles à l'axe \bar{c} qui sont vides et dans α_3 et α'_3 ces rangées vides ne sont pas à la même position, d'où l'indice prime pour les différencier.

Pour les plans de Si, le taux d'occupation est soit 1/4, soit 0, d'où la notation a_0, b_0, a_1, b_1, c_0 et c_1 . Les plans vides ne sont pas dessinés sur la Figure 6.

Finalement, considérant l'empilement des plans $(111)_{CFC} = (110)_D$, la structure du disthène peut être écrite :



Il est nécessaire de considérer 12 niveaux d'oxygène pour décrire complètement la structure du disthène. On peut remarquer que $1/2 [332]_{CFC} = [110]_D$ est une translation du réseau, on peut alors décrire la maille élémentaire avec 4 plans d'oxygène seulement, en regardant le long de $(110)_D$, mais cette dernière direction n'est pas perpendiculaire à l'empilement des plans (voir Figure 6).

On peut noter que des sites octaédriques vacants s'alignent selon la direction \bar{c} et forment des canaux qui pourraient être des chemins de diffusion préférentielle.

Ainsi, avec cette description "simple" de la maille du disthène, on peut rechercher les systèmes de glissement possibles. Pour les vecteurs de Burgers $c = 5,57 \text{ \AA}$ est la plus petite translation du réseau. C'est probablement le vecteur de Burgers le plus fréquent de cette structure. Dans le réseau CFC, ce vecteur est $\bar{c} = [110]_{CFC}$; il est contenu dans le plan $(111)_{CFC}$. Le système de glissement facile devrait donc être $[110]_{CFC}$, $(111)_{CFC}$ ou $[001]_D$, $(110)_D$.

Il est à noter que contrairement aux vraies structures cubiques qui possèdent 4 familles de plans $\{111\}$ équivalents (et 12 systèmes de glissement $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$, $\{111\}$) le disthène ne présente qu'un seul empilement simple de plans (111) dans lequel il y a une seule translation $[110]$ petite. On attend donc un seul système de glissement

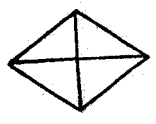
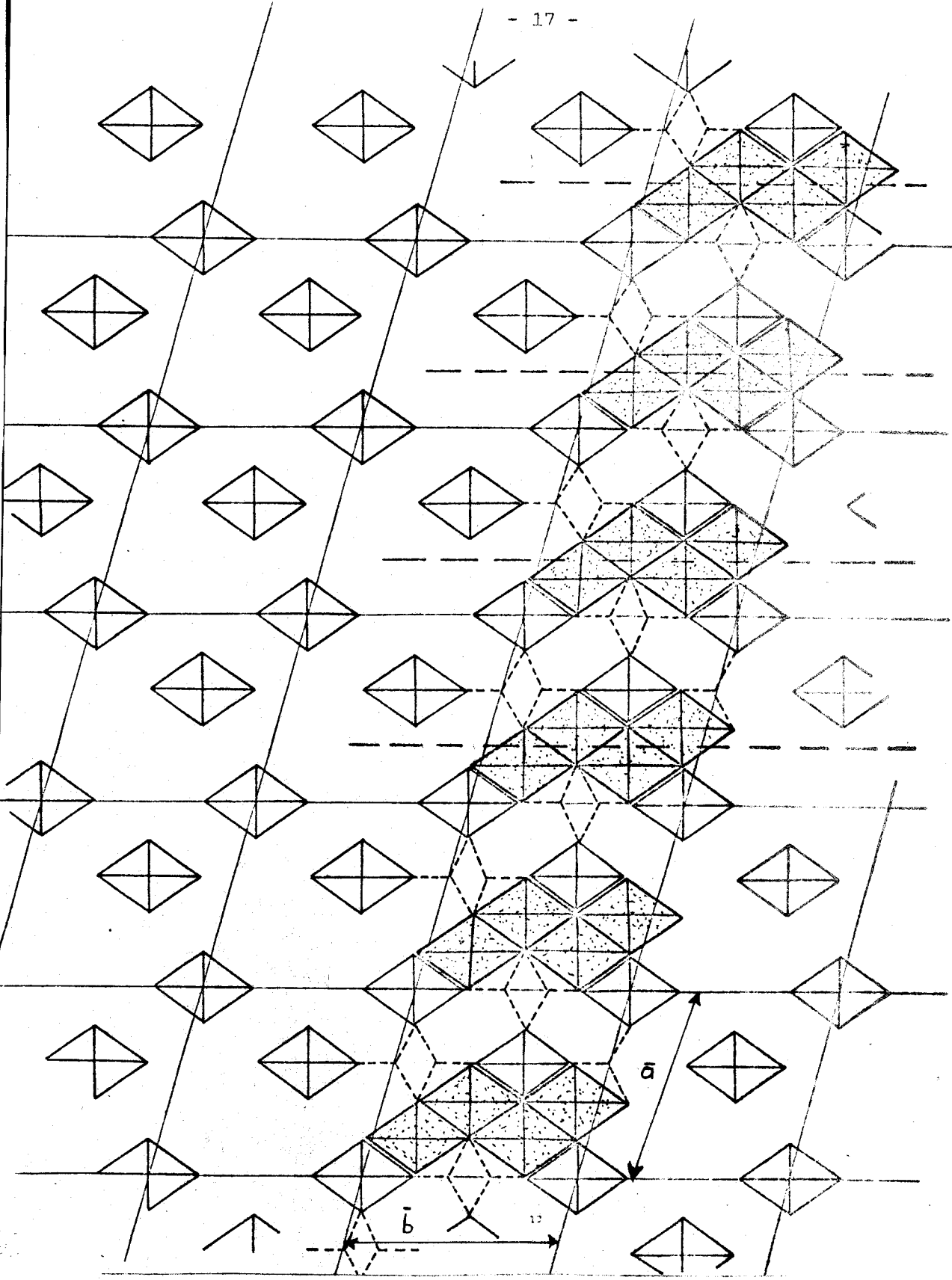
$$[110]_{\text{CFC}}, (111)_{\text{CFC}} = [001]_{\text{D}}, (110)_{\text{D}}$$

Il faut en outre remarquer qu'une dislocation de vecteur de Burgers $\bar{b} = [001]_{\text{D}}$ ne glissera pas à n'importe quel niveau de l'empilement représenté Figure 6 car les liaisons inter-plans ne sont pas toutes équivalentes. Il est généralement admis que dans les silicates les liaisons Si - O sont fortes et dirigées et ne sont pas coupées facilement.

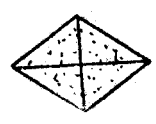
Ceci nous amène à examiner le disthène comme un covalent en faisant apparaître les entités tétraédriques SiO_4 et octaédriques AlO_6 . Ceci peut être réalisé Figure 7 sur la même projection de la structure que celle de la Figure 6.

Sur cette Figure 7, la trace des plans $(111)_{\text{CFC}}$ est encore horizontale. Il y a plusieurs niveaux où le glissement peut se produire sans couper de liaison forte Si - O, mais il n'y a pas que ces plans où le glissement est possible sans couper de liaison Si - O. Un examen détaillé de la maille montre que les plans $(100)_{\text{D}} = (101)_{\text{CFC}}$ sont aussi des plans de glissement possibles. Le niveau correspondant est représenté Figure 7 par des pointillés. Ce sont les deux seules possibilités de glissement facile.

Les deux seules expériences réalisées sur le disthène n'ont mis en évidence que le plan $(100)_{\text{D}}$. RAYLEIGH {20} caractérise ce seul plan par observation de lignes de glissement sur échantillons déformés et BOWLAND et COLL {21} ont observé par microscopie électronique des dislocations largement dissociées dans $(100)_{\text{D}}$ de vecteur de Burgers total $\bar{c} = [001]_{\text{D}}$.



Octaèdre formant les chaînes parallèles à l'axe c



Octaèdre de liaison inter-chaînes AlO_6



tétraèdre de liaison SiO_4



Fig. 7 : Projection de la structure du disthène, décrite par des entités tétraédriques et octaédriques, suivant la direction $[001]$.

De plus $(100)_D$ est un plan de macle et le meilleur plan de clivage (voir II.4.) Il semble être le plan de glissement le plus facile.

Ceci peut être compris par le fait qu'une dislocation se déplaçant dans $(100)_D$ ne coupe ni les liaisons dures Si - O, ni les chaînes d'octaèdres qui forment le squelette de la structure.

Y-a-t-il d'autres systèmes de glissement moins aisés ? Nous ne le savons pas pour l'instant, mais en tout cas, c'est la description en tétraèdres et octaèdres (Fig. 8) qui semble la plus fructueuse pour expliquer les systèmes de glissement aisés, nous utiliserons donc la même description pour les autres structures.

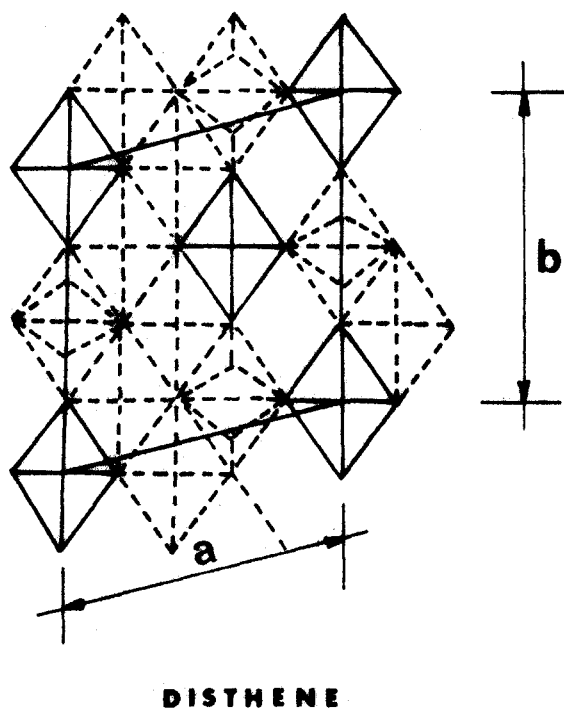
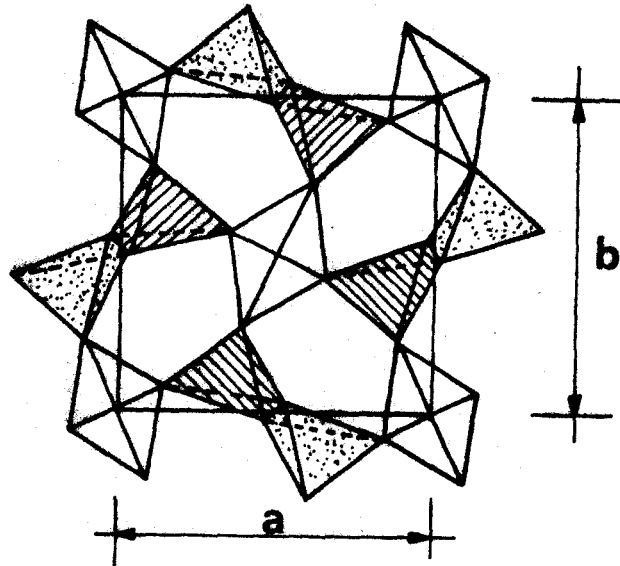


Fig. 8 : Maille du disthène représentée en entités tétraédrique et octaédrique, projetée suivant $[001]$.

* Sillimanite :

La structure de la sillimanite peut être considérée comme un assemblage de chaînes d'octaèdres AlO_6 se touchant par une arête, situées aux sommets et au centre de la maille (Fig. 9).



SILLIMANITE

Fig. 9 : Maille de la sillimanite, considérée comme assemblage de tétraèdres et octaèdres, projetée sur (001).

Ces chaînes sont parallèles à l'axe \bar{c} et sont reliées les unes aux autres par des doubles chaînes de tétraèdres alternés SiO_4 et AlO_4 (Fig. 10). Si la succession de ces tétraèdres dans la direction \bar{c} devient désordonnée, on obtient la structure mullite de paramètre moitié dans cette direction {11}. Un tel désordre est possible et a été observé à haute température dans d'autres silicates {12}. {13}.

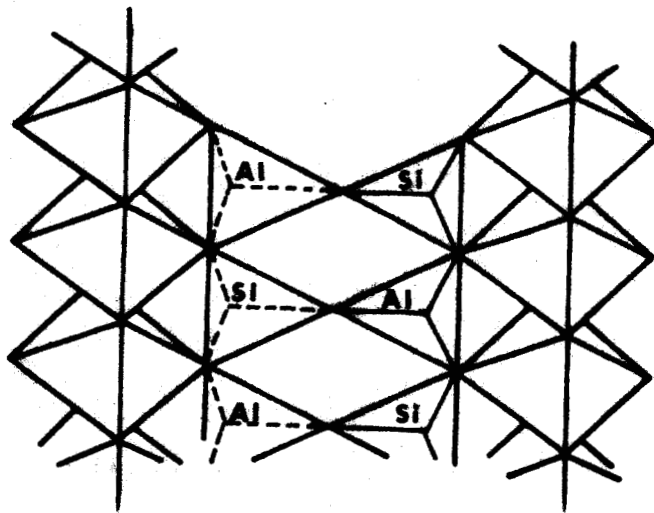


Fig. 10 : Doubles chaînes de tétraèdres SiO_4 et AlO_4 alternés dans la Sillimanite

* Andalousite :

La structure est construite autour de chaînes d'octaèdres AlO_6 parallèles à l'axe \bar{c} situées au sommet ainsi qu'au centre de la maille (Fig 11). Ces chaînes sont reliées les unes aux autres par des tétraèdres SiO_4 et des aluminium entourés de 5 oxygènes. Cette coordinance 5 non prévue par les règles de Pauling est très rare et ne se prête à aucun modèle cristallo-graphique simple.

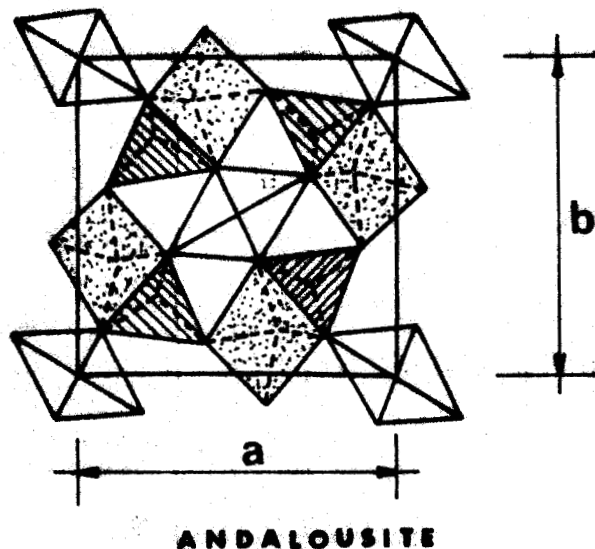


Fig. 11 : Maille de l'andalousite, projetée sur (001).

Aucune étude de déformation plastique n'ayant été réalisée sur la sillimanite et l'andalousite, on en ignore les systèmes de glissement. Pour ces deux structures, on ne peut pas faire une description en sous-réseaux anioniques simples comme dans le disthène mais on peut quand même déduire des systèmes de glissement possibles, en gardant les règles énoncées précédemment, c'est à dire éviter, pour une dislocation, de couper les chaînes d'octaèdres et les liaisons Si - O.

Pour le vecteur de Burgers $c = [001]$ est encore la plus petite translation ($\bar{c} = 5,65 \text{ \AA}$ dans la sillimanite et $\bar{c} = 5,57 \text{ \AA}$ dans l'andalousite). Ce vecteur autorise donc du glissement dans n'importe quel plan parallèle aux chaînes d'octaèdres (h, k, o). L'observation détaillée des mailles indique qu'il n'est pas possible de trouver un tel plan qui ne couperait ni les liaisons SiO, ni les chaînes d'octaèdres. Il faut donc s'attendre à un glissement beaucoup moins facile que dans le disthène.

Le fait que l'on retrouve le même type de squelette en chaîne dans les trois structures, que la sillimanite se présente souvent sous forme de fibres allongées dans la direction \bar{c} suggère que le glissement doit éviter de couper ces chaînes. Ceci implique la rupture de liaisons Si - O lors de la propagation des dislocations dans la sillimanite et l'andalousite.

II.3. - PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES {22}

Disthène

Le disthène présente un clivage parfait parallèle à (100) et un clivage moins net suivant (001). Une propriété physique intéressante du disthène est la variation de dureté suivant la face

considérée et la direction étudiée*. Par exemple, sur la face (100) la dureté varie de 6 à 7 (dans l'échelle de Moh) dans la direction parallèle à l'axe \bar{b} , et de 4 à 5 dans la direction parallèle à l'axe \bar{c} .

Le disthène est généralement bleu en gros cristaux et incolore en lame mince.

D'un point de vue optique, le plan des axes optiques est presque perpendiculaire à (100) et incliné approximativement de 30° par rapport à [010].

Chimiquement, le disthène est très inerte, les solvants tels que l'acide fluorhydrique, l'acide orthophosphorique, l'eau régale sont sans action sur lui.

Sillimanite

Les cristaux de sillimanite présentent un clivage peu marqué parallèle à (010). La composition chimique est très stable par rapport à la mullite; l'impureté la plus fréquente est l'ion Fe^{3+} . Les cristaux se présentent sous forme de longs prismes incolores et parallèles à l'axe \bar{c} .

Le plan des axes optiques est parallèle à (010), la biréfringence est plus importante que dans le disthène. La sillimanite n'est pas attaquée par les solvants cités précédemment.

* Dureté mesurée par indentation à la pointe de diamant. C'est une propriété semi-macroscopique difficile à relier aux limites élastiques mais qualitativement, on peut dire qu'une faible dureté est équivalente à la présence de beaucoup de systèmes de glissement facilement activés. La différence de dureté doit donc indiquer une grande anisotropie des systèmes de glissement : soit 1 seul système de glissement soit plusieurs à limites très différentes.

Andalousite

L'andalousite clive facilement dans les plans parallèles à (110). Les cristaux d'andalousite présentent souvent des impuretés concentrées au centre et formant une croix en section (001)

Le plan des axes optiques est parallèle à (010) et la biréfringence faible.

II.4. - MACLES DU DISTHENE

Dans la mesure où nous supposons l'existence d'un seul système de glissement facile dans le disthène, nous devons envisager la possibilité de maclage pour que ce cristal puisse accomoder une déformation imposée dans une roche. La faible symétrie et la relative complexité de la maille, permettent d'envisager la formation de plusieurs macles qui sont citées dans les traités de minéralogie {22}. Les informations les plus précises sur ces macles sont dues à BOWLAND et COLL {21} qui les ont étudiées par microscopie électronique. D'après ces auteurs, les macles citées en général dans la littérature seraient :

Plan de macle	:	Vecteur de macle
(100)	:	1/2 [010]
(100)	:	1/2 [001]
(100)	:	1/2 [011]
(001)	:	1/4 [100]

TABLEAU DES ELEMENTS DE MACLE

Avant d'étudier comment ces macles peuvent contribuer à la déformation plastique, il est utile de rappeler les principes généraux du maillage.

II.4.1. Cristallographie du maillage.

La formation d'une macle peut être un mécanisme de déformation plastique {23}. Une macle est formellement produite dans un cristal par un cisaillement homogène. Le déplacement d'une tranche élémentaire de cristal est proportionnelle à la distance à un plan de référence (plan de macle). Le déplacement relatif de 2 plans adjacents (parallèles au plan de macle) est représenté dans le tableau ci-dessus par le vecteur de macle qui est nécessairement plus petit qu'une translation du réseau. Après maillage, l'environnement de chaque atome doit rester inchangé sinon on pourrait obtenir une structure instable. Ceci limite considérablement le nombre de macles possibles, de même qu'une haute symétrie diminue le nombre de macles possibles.

D'un point de vue géométrique, le cisaillement homogène transforme une sphère en un ellipsoïde de demi-axe a et c (Fig. 12). Cet ellipsoïde possède 2 sections circulaires (K_1) et (K_2) qui représentent les plans qui ne sont pas affectés par le cisaillement. (K_1) est le plan de macle, et (K_2) n'a subi qu'une rotation pure.

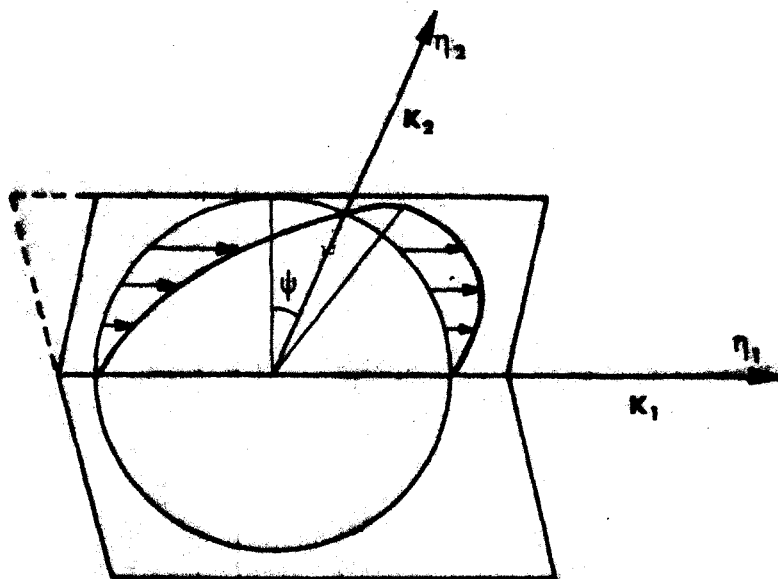


Fig. 12 : Une sphère devient un ellipsoïde par un cisaillement homogène.

L'intersection de K_1 et K_2 avec le plan de figure défini par a et c donne les deux directions η_1 et η_2 .

On distingue alors 2 types de macles :

Macles de 1ère espèce :

Le plan (K_1) et la direction $[\eta_2]$ ont des indices de Miller simples tandis que (K_2) et $[\eta_1]$ sont irrationnels {24}.

On peut bâtir une maille sur les vecteurs I_1, I_2, I_3 tel que : I_1 et I_2 sont dans (K_1). Ces vecteurs ne sont pas affectés par le cisaillement. $[\eta_2]$ est rationnel, il y a un vecteur de réseau I_3 parallèle à $[\eta_2]$ qui est inchangé en longueur par le cisaillement, il vient en I'_3 .

$-I_3$ est aussi un vecteur du réseau. La nouvelle maille construite sur I_1, I_2 et I'_3 est la réflexion dans le plan de macle (K_1) de la maille $I_1, I_2, -I_3$ du réseau non cisailé.

On passe de la matrice à la macle par une opération miroir, par rapport au plan de macle (K_1) qui ne doit donc pas être un plan m du cristal. Le plan de contact entre les deux parties est le plan de composition, qui est ici confondu avec le plan de macle.

Cette macle est la maille réflexive des minéralogistes.

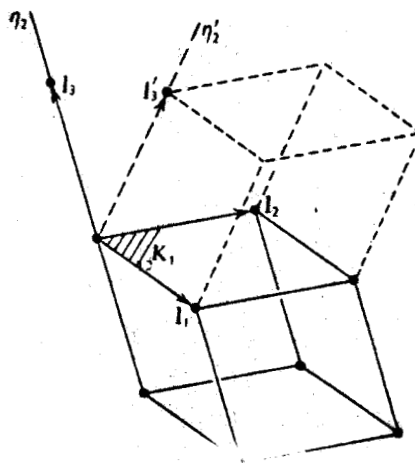


Fig. 13 : Macle de 1ère espèce

Macule de 2ème espèce :

(K_2) et $[\eta_1]$ sont rationnels et (K_1) et $[\eta_2]$ ne le sont pas.

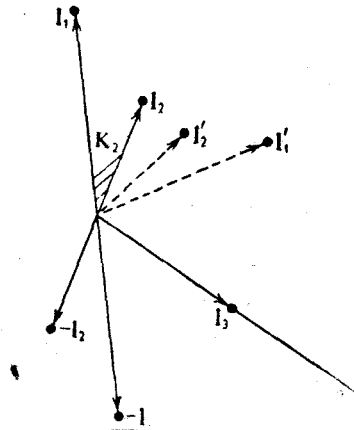


Fig. 14 : Macule de 2ème espèce

Deux vecteurs de réseau I_1 et I_2 peuvent être choisis dans (K_2) et I_3 dans la direction rationnelle $[\eta_1]$. Ces vecteurs forment une maille qui est reconstruite en I'_1, I'_2, I_3 par cisaillement.

La relation d'orientation entre les deux réseaux bâtis sur $-I_1, -I_2, I_3$ et sur I'_1, I'_2, I_3 est une rotation de 180° autour de η_1 qui ne doit pas être une opération de symétrie du cristal. C'est la macule de rotation ou axiale.

Si $(K_1), (K_2), [\eta_1], [\eta_2]$ sont rationnels, la macule s'appelle macule composée. Dans tous les cas, la macule sera définie par son plan de macule (K_1) et la direction du cisaillement $[\eta_1]$.

II.4.2. Cristallographie des macles du disthène.

Nous avons essayé de construire les macles du disthène annoncées dans la littérature en raisonnant sur le modèle cristallographique cité plus haut, et en conservant les entités tétraédriques et octaédriques.

La structure idéale du disthène est montrée Figure 15, en projection sur un plan perpendiculaire à la direction \bar{c} du disthène.

Les côtes sont mesurées avec \bar{c} vers le bas. Cette projection montre bien les chaînes d'octaèdres AlO_6 aux sommets et au centre des mailles, reliées entre elles par des chaînes d'octaèdres AlO_6 et de tétraèdres SiO_4 .

Macle (100) ; $1/2 [010]$.

Nous avons pu construire une macle de 1ère espèce avec les éléments ci-dessus, en opérant comme suit :

Les plans (100) sont horizontaux et vus de bout. Les cisaillements se feront facilement dans les inter-plans qui ne contiennent ni liaisons Si - O, ni de chaînes d'octaèdres AlO_6 (c'est le même niveau que celui envisagé pour le glissement des dislocations). En répétant l'opération toutes les distances \bar{a} , on construit la macle représentée Figure 16.

On passe du cristal parfait à la macle par un miroir sur (100), mais pour retrouver les mêmes côtes dans la structure maclée et non maclée, il faut déplacer l'origine de la maille dans la macle de $\bar{c}/2$. Ceci se traduirait en microscopie électronique par un déphasage supplémentaire qui affecterait le système de franges.

La dislocation de macle correspondante aura un vecteur de Burgers $1/2 [010]$. Dans ce cas, le plan de macle est confondu avec le plan de composition.

Macle (100), $1/2 [001]$.

Nous avons gardé la même projection de la maille pour cette macle, car c'est la seule représentation simple du disthène. Ce sont les côtes des différents atomes, de part et d'autre du plan de composition, qui caractérisent la macle (Fig. 17). Celle-ci est obtenue par des cisaillements $1/2 [001]$ toutes les distances a , dans le même inter-plan que précédemment. L'opération qui fait passer de la matrice à la macle est cette fois une rotation de 180° autour de la direction de cisaillement η_1 . Il s'agit donc d'une macle de seconde espèce. Il faut encore faire un changement d'origine pour obtenir la même côte des atomes dans les régions maclées et non maclées, ce qui affectera le contraste en microscopie électronique.

Macles (100), 1/2 [011].

Ce serait la superposition des deux autres (Fig. 18) et deux maclages successifs très proches (100) 1/2 [010] et (100) 1/2 [001] pourraient être confondus au microscope optique avec une pseudo macle (100) 1/2 [011].

Nous n'avons pu trouver d'opération de miroir ou de rotation qui fasse correspondre la matrice avec une telle macle.

Nous n'avons pas su construire la 4ème macle annoncée dans la littérature (001) 1/4 [100]. Il est à remarquer que l'angle $\alpha = 90^\circ 5'$ est presque un angle droit. Si $\alpha = \frac{\pi}{2}$, On augmenterait la symétrie, l'axe \bar{a} devenant un axe de symétrie d'ordre 2 et le plan (001) un plan miroir ; ceci justifie les deux premières macles (car 1 des éléments est axe de symétrie).

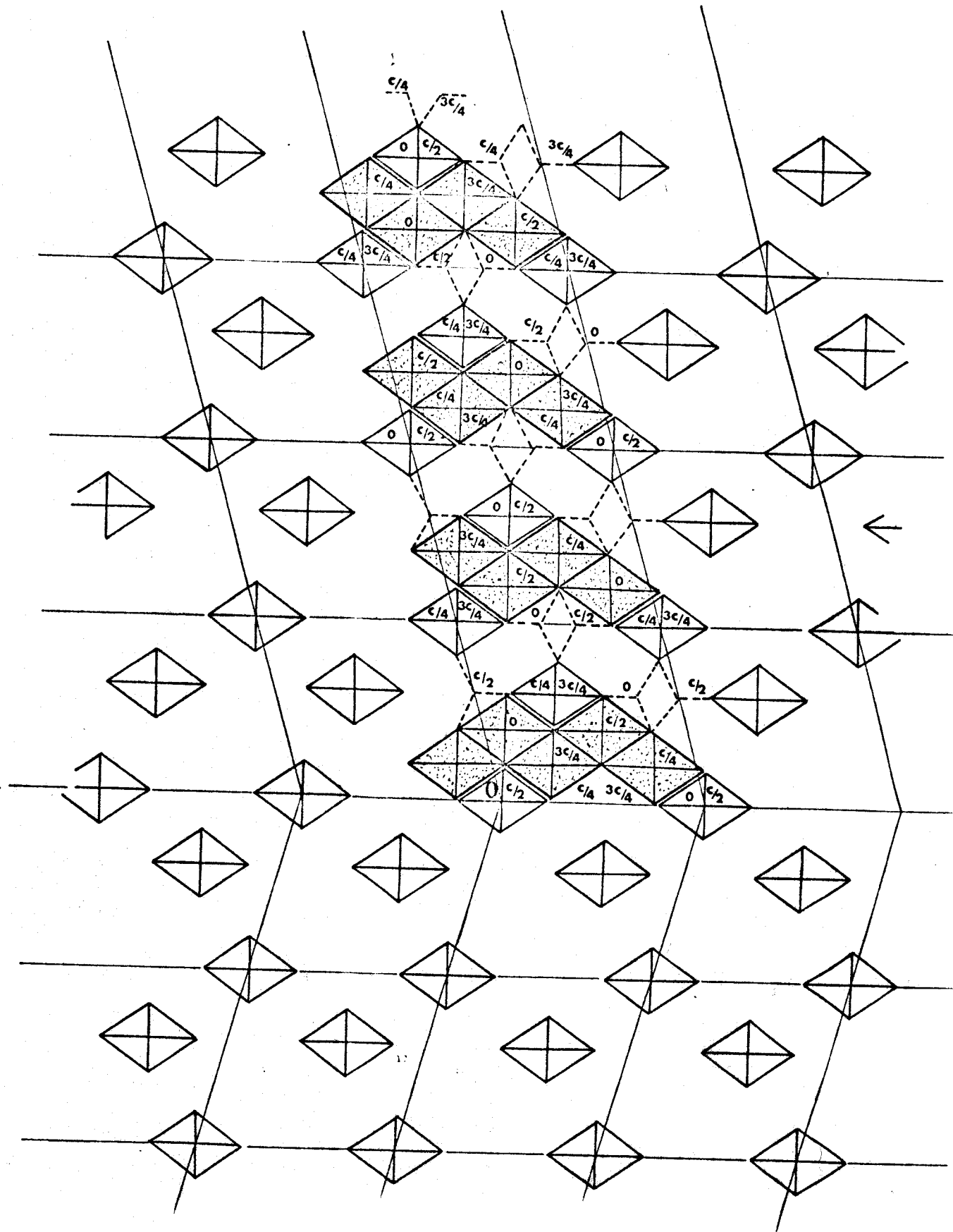


Fig. 16 : Macle (100), 1/2 [010] du disthène



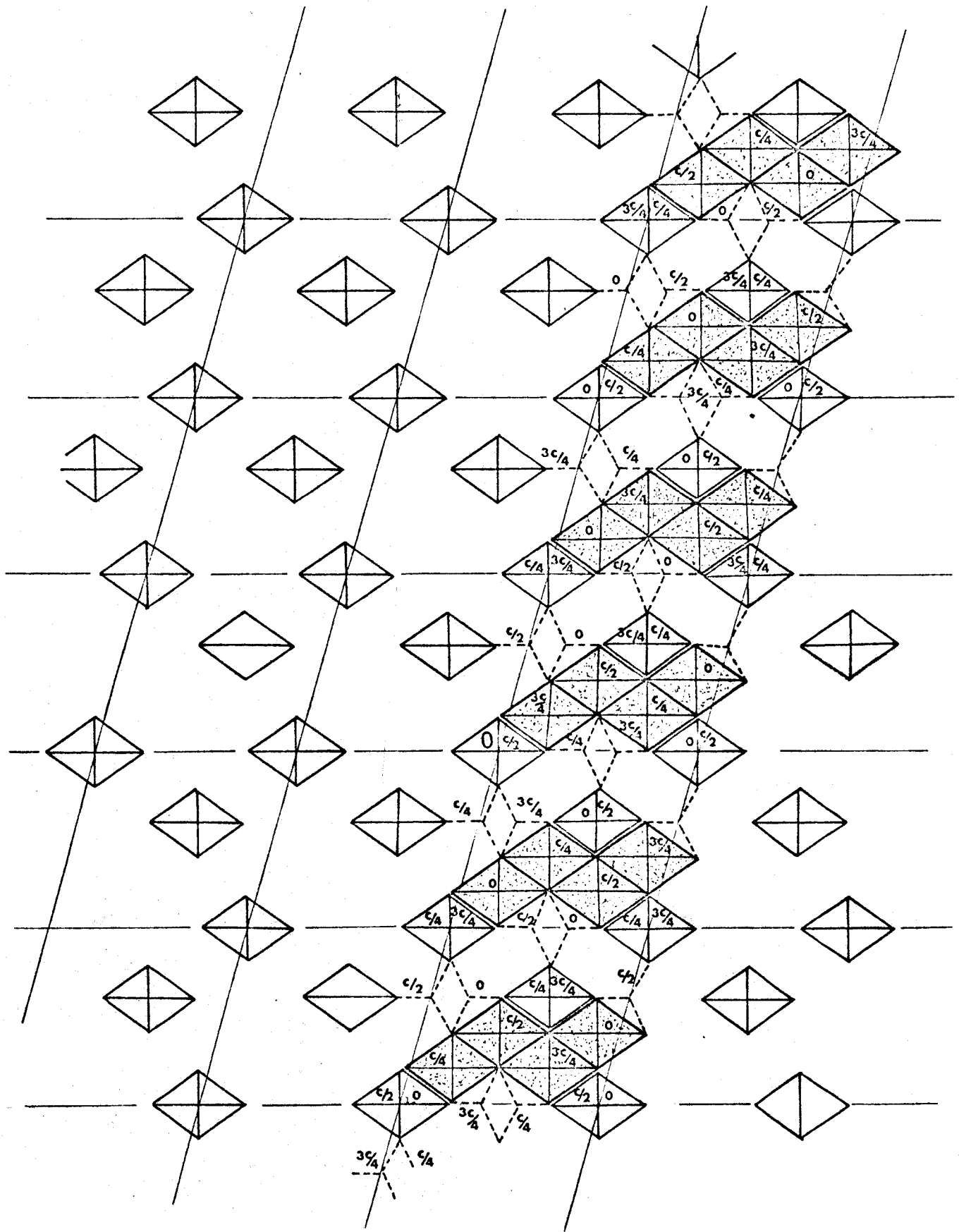


Fig. 17 : Macle (100), $1/2 [001]$ du disthène.



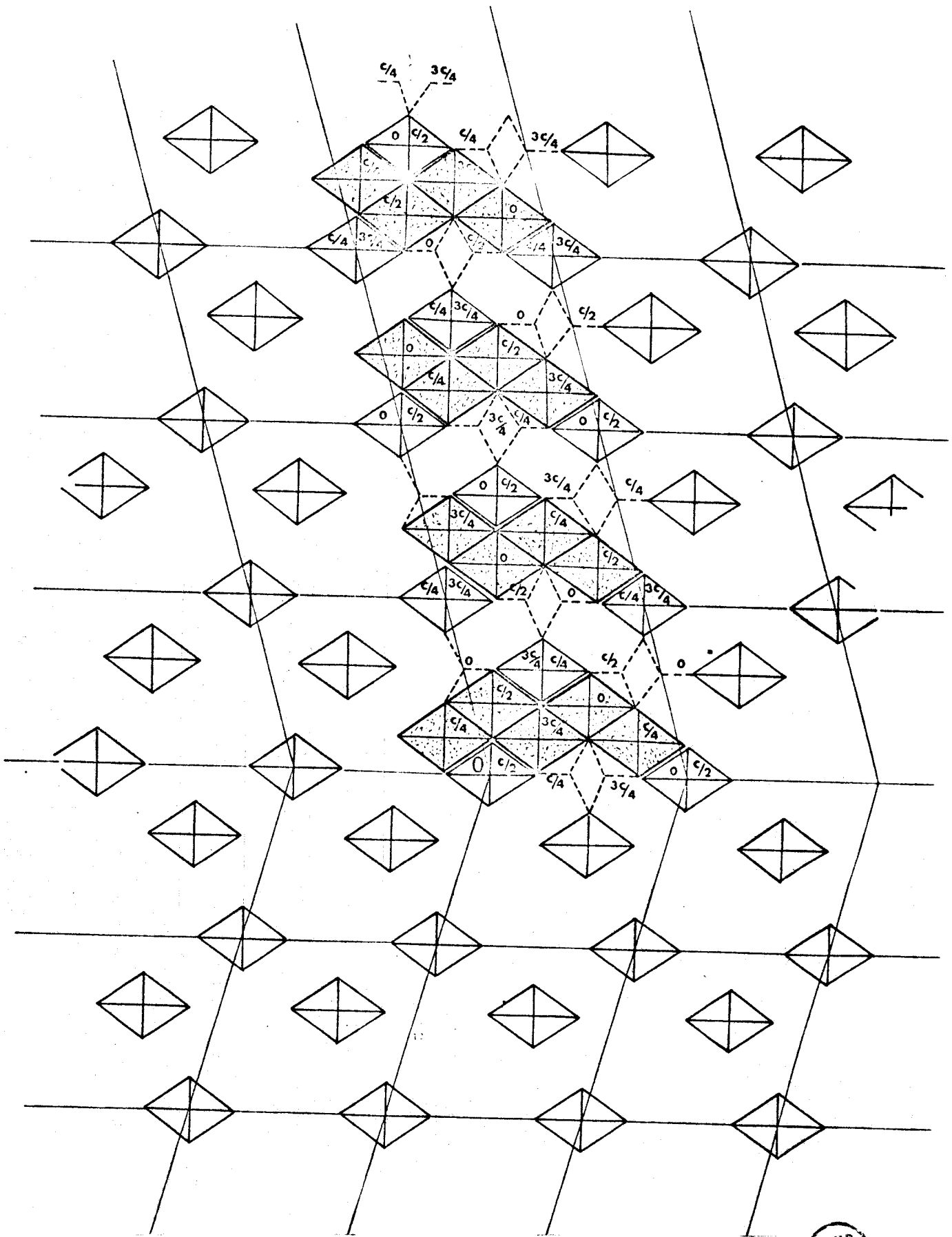


Fig. 18 : Macle (100), $1/2$ [011] du disthène.



CHAPITRE III.

OBSERVATION EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE D'ECHANTILLONS DEFORMES

Dans ce chapitre, nous rapportons la caractérisation des défauts et nous essayons de les corrélés à la déformation plastique. La microscopie électronique par transmission nous donne le moyen direct d'observer les dislocations et d'en tirer des analyses sur les modes de déformations.

III.1. - PREPARATION DES ECHANTILLONS

III.1.1. Origine des échantillons.

* Disthène : Nous avons travaillé sur des mono-cristaux de provenances diverses.

- Le Muséum National d'Histoire Naturelle nous a fourni du disthène provenant de la région des Alpes du St Gothard.

- Nous avons également travaillé sur du disthène des montagnes rocheuses canadiennes.

Au début, nous orientons les échantillons par diagramme de Laue, puis nous nous sommes aperçus que par clivages successifs nous obtenions des lames minces parallèles à (100) de quelques dixièmes de mm d'épaisseur.

* Sillimanite :

Le Muséum National d'Histoire Naturelle nous a fourni de la sillimanite provenant de Chester (Connecticut U.S.A.). Certaines sillimanites sont manifestement fibreuses, car elles se délithent en fibres de quelques dixièmes de mm dans les doigts. Par contre, pour l'échantillon du Muséum, la tenue mécanique était excellente : il nous avait été fourni comme étant un mono-cristal. Malgré ceci, il est impossible de l'orienter par rayons X comme le montre le diagramme de Laue (Fig. 19) qui ressemble plus à un diagramme de

poudre qu'à celui d'un monocristal. Donc nous devons avoir des fibres très fines mais bien liées donnant à l'aggrégat une bonne tenue mécanique. Pour ces échantillons, nous avons fait des lames minces, à la scie diamantée, sans pouvoir les orienter au préalable.

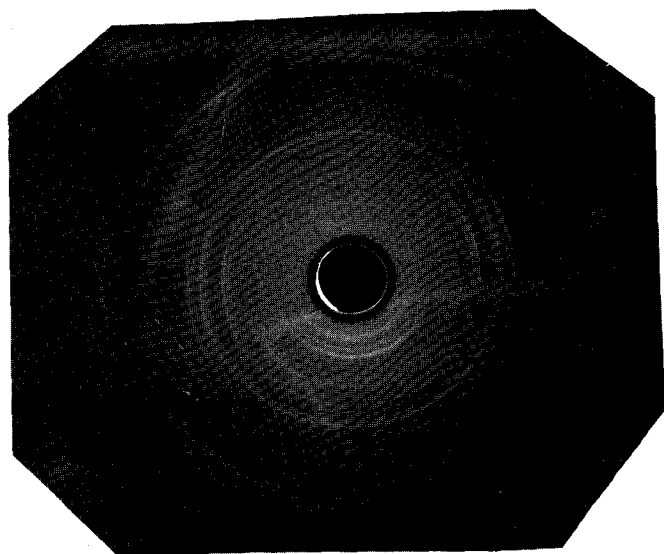


Fig. 19 : Laue de Sillimanite

* Andalousite :

- Le Muséum nous a fourni de l'andalousite de Lisens (Tyrol).
- Nous avons également travaillé sur de l'andalousite de variété chiastolite de Bretagne.

L'orientation des échantillons d'andalousite a été réalisée par diagramme de Laue. Les plans (001) sont facilement reconnaissables car les impuretés forment une croix dans ces plans.

III.1.2. Lames minces.

La préparation des lames minces se fait en deux étapes :

- d'abord un amincissement mécanique. On part d'un échantillon de 3 mm de diamètre que l'on colle au baume du Canada sur des lames de verre pour être aminci par polissage manuel avec un abrasif (carbure de silicium) puis poli au grain de diamant de 6 μ puis 1 μ . Le polissage se fait jusqu'à une épaisseur d'environ 3/100èmes de mm que l'on contrôle optiquement au microscope polarisant en fonction

de la place des teintes de polarisation dans l'échelle de Newton.

Pour le disthène, la biréfringence pour 30 μ d'épaisseur donne la fin du premier ordre, c'est à dire brun-jaune

- l'amincissement est terminé par bombardement ionique, pour obtenir des épaisseurs de 3 000 à 4 000 Å nécessaires à l'observation en microscopie électronique par transmission à 100 KV. Un gaz rare de faible pression est ionisé et les ions ainsi créés (d'une énergie de quelques KV) sont utilisés pour bombarder une cible, dont les atomes sont éjectés.

Les conditions de bon amincissement sont pour les trois polymorphes :

- tension d'ionisation 7 à 8 KV ;
- inclinaison de l'échantillon dans le faisceau de 8 à 12° ;
- courant ionique de l'ordre de 50 mA ;
- temps d'amincissement variable de 30 à 80 heures suivant l'épaisseur et l'orientation de l'échantillon.

III.1.3. Vaporisation de carbone sur la surface des échantillons.

Pour éviter les phénomènes de charges qui se produisent sur les échantillons isolants lorsqu'ils sont irradiés, on doit recouvrir ces échantillons d'un film fin conducteur. Nous avons utilisé du carbone vaporisé sous vide. La couche doit être la plus fine possible pour ne pas atténuer le contraste pendant l'observation.

III.2. - CONDITIONS D'OBSERVATION

Les échantillons ont été observés au microscope électronique Philips EM 300, sous une tension accélératrice de 100 KV. Notons tout d'abord les points suivants :

- nous n'avons jamais observé de transition spontanée qui aurait pu être induite par l'irradiation électronique qui chauffe le cristal et produit des paires de Schottky ;
- les dégâts d'irradiation sont modérés et permettent une observation aisée de la même plage pendant plus d'une heure à 100 KV.

La caractérisation des dislocations consiste à déterminer l'orientation de la ligne (observation stéréographique avec deux images réalisées avec une inclinaison différente) et le vecteur de Burgers \bar{b} . Pour cela, on utilise habituellement la règle d'extinction de l'image de la dislocation lorsque le vecteur de diffraction \bar{g} est perpendiculaire à \bar{b} ; en fait, il faut $\bar{g} \cdot \bar{b} = 0$ et $\bar{g} \cdot (\bar{b} \wedge \bar{u}) = 0$ [25]. Avec deux extinctions (2 \bar{g} différents), on obtient \bar{b} de façon non ambiguë. Cette règle peut être légèrement faussée lorsque le cristal présente une forte anisotropie, il y a alors toujours du contraste résiduel. On ne peut donc se fier au critère habituel $\bar{g} \cdot \bar{b} = 0$ pour caractériser \bar{b} , qu'avec précaution ; il faut se méfier d'une analyse incomplète.

Nous avons été étonnés de constater que ce critère s'applique bien à nos cristaux. Nous observons seulement un faible contraste résiduel en champ clair.

Il est plus pratique de se placer en conditions de faisceau faiblement excité ou "weak beam" car la région qui est en bonne condition d'orientation est bien plus vaste, surtout dans les cristaux assez déformés. Nous n'observons plus alors de contraste résiduel pour $\bar{g} \cdot \bar{b} = 0$, ce qui pourrait signifier que le faible contraste résiduel observé en champ clair était dû à des conditions de deux ondes imparfaitement réalisées.

Nous avons donc pu caractériser la plupart des dislocations sans ambiguïté. En outre, nous observons que les dislocations sont dissociées dans les trois polymorphes et la méthode du weak beam est bien adaptée à ce type d'observation.

Chaque dislocation partielle produit alors un pic dont la largeur à mi-hauteur est très fine (de l'ordre de $20 \overset{\circ}{\text{Å}}$) ; ces pics permettent de bien localiser la position des dislocations partielles et de mesurer précisément leur séparation, donc de calculer l'énergie de faute γ . La technique du weak beam étant assez peu employée, nous la rappelons en annexe.

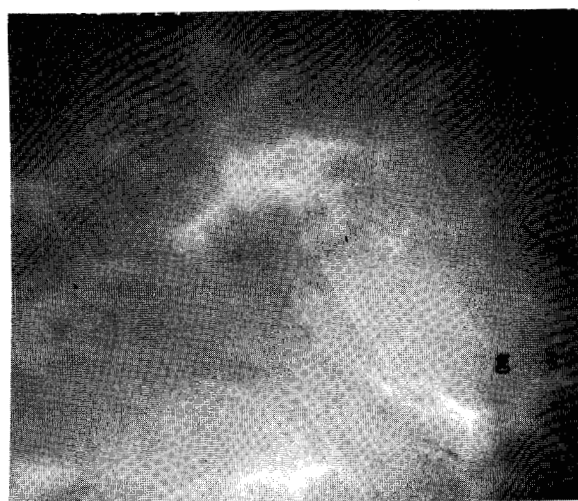
III.3. - OBSERVATIONS

III.3.1. Caractérisation des dislocations observées dans le disthène.

Lorsque nous travaillons en conditions de weak beam, il n'y a pas de contraste résiduel pour des \bar{g} perpendiculaires à $[001]_D$, pour toutes les dislocations que nous avons observées dans le disthène qui de ce fait sont caractérisées d'une manière non ambiguë (Fig 20-21).



$g = 001$



$1\bar{4}0$

Fig. 20 : Lamelle (100) dislocations visibles

Fig. 21 : même lamelle. Toutes les dislocations sont éteintes.

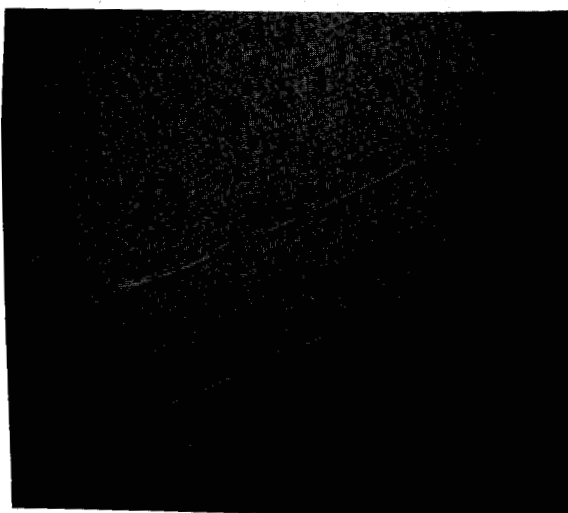
Nous avons utilisé comme \bar{g} pour éteindre les dislocations : $1\bar{4}0$, 010 , $1\bar{2}0$, qui sont ceux que l'orientation de notre lamelle permet d'atteindre.

$\bar{b} = [001]_D$ correspond bien au vecteur de Burgers que l'étude cristallographique prévoyait (\bar{c} est la plus petite translation du réseau).

Nos conditions de weak beam sont : $g = 00\bar{2}$ fortement excité, image réalisée avec $g = 004$, ce qui correspond à un écart aux conditions de Bragg $s = 1.510^{-2} \text{ \AA}^{-1}$ ce qui permet d'évaluer la largeur de dissociation avec une précision de l'ordre de 5 % (voir annexe II).

Toutes les dislocations observées sont dissociées (Fig. 22).

Les deux partielles s'éteignent simultanément, ce qui signifie que les vecteurs de Burgers des deux partielles sont colinéaires.



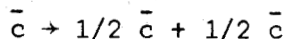
$g = 004$
↗

Fig. 22

Dislocations dissociées dans le disthène. Largeur de dissociation $\approx 400 \text{ \AA}$ (Image en faisceau faible).

1 μ

Une telle dissociation peut être expliquée en observant la maille élémentaire. La dissociation



dans le plan de glissement $(100)_D$, ne perturbe pas le réseau anionique. $(1/2 [001]_D$ est une translation du réseau d'oxygène). En outre, les relations de premier voisin ne sont pas modifiées par une telle faute. Les cations Al et Si conservent un environnement octaédrique et tétraédrique d'oxygène. Seules sont affectées les positions des seconds voisins, pour le sous-réseau cationique. La structure du disthène étant fortement covalente, cette perturbation ne crée que des fautes de faible énergie.

Les largeurs de dissociation observées sont de l'ordre de 400 \AA . Les corrections que la méthode du faisceau faible nous permettent de réaliser sur les mesures sont négligeables pour des largeurs de dissociation aussi importantes (0,3 % alors que la mesure est réalisée à 5 % vu l'étalonnage du microscope).

Toutes les dislocations des échantillons observés se trouvent dans les plans $(100)_D$, ce qui signifie que :

1°) Le plan $(100)_D$ est probablement le seul plan de glissement actif pendant la déformation ;

2°) Il n'y a pas d'évidence de montée ni de "glissement" dévié (cross-slip) ce qui suggère que les déformations n'ont pas eu lieu à température élevée ou bien qu'il n'y a aucun durcissement ni accumulation de dislocations, au cours de la déformation qui auraient nécessité de la montée ou du "cross-slip". La densité de dislocation ne dépasse jamais 10^8 cm^{-2} (Fig. 23) excepté en tête de fissure (Fig. 24).

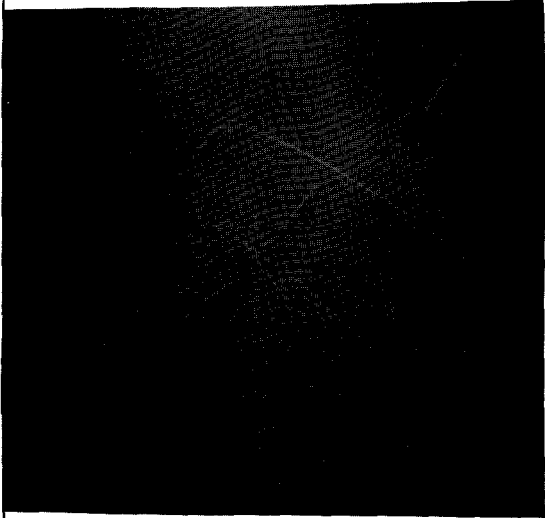


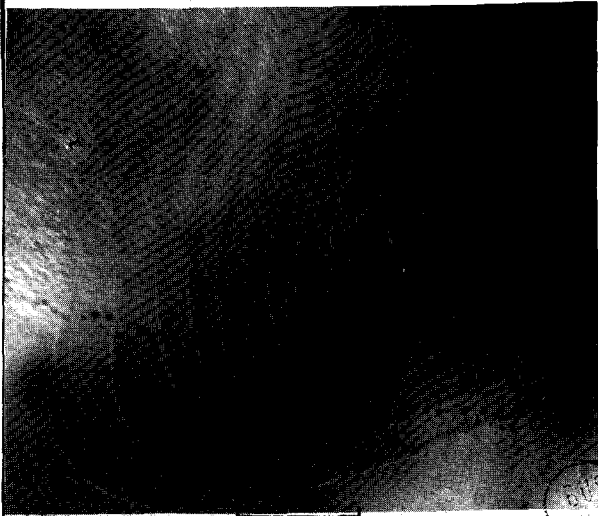
Fig. 23

Densité typique de dislocation dans le disthène ($< 10^8 \text{ cm}^{-2}$).

$$g = \bar{1}\bar{1}\bar{3}$$



1μ



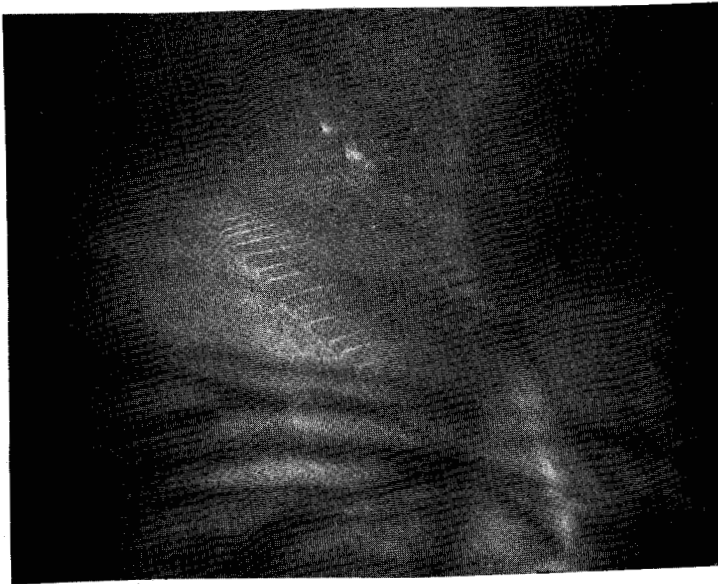
$$g = 004$$



Fig. 24

Densité de dislocation plus élevée en tête de fissure.

En outre, on n'observe jamais de direction préférentielle. Aucune autre trace habituelle de déformation n'a été observée (ni sous-joint, ni débris). Parfois des empilements de dislocations \bar{c} dissociées, (Fig. 25).



$g = 001$

Fig. 25

Empilement de dislocations \bar{c} dissociées dans le disthène (Image en faisceau faible).

1 μ

III.3.2. Sous-structure de dislocation observée dans la sillimanite.

Les échantillons de sillimanite se présentent sous forme de longues régions monocristallines parallèles à l'axe \bar{c} (Fig. 26) et dont les désorientations relatives peuvent atteindre plusieurs dizaines de degrés.



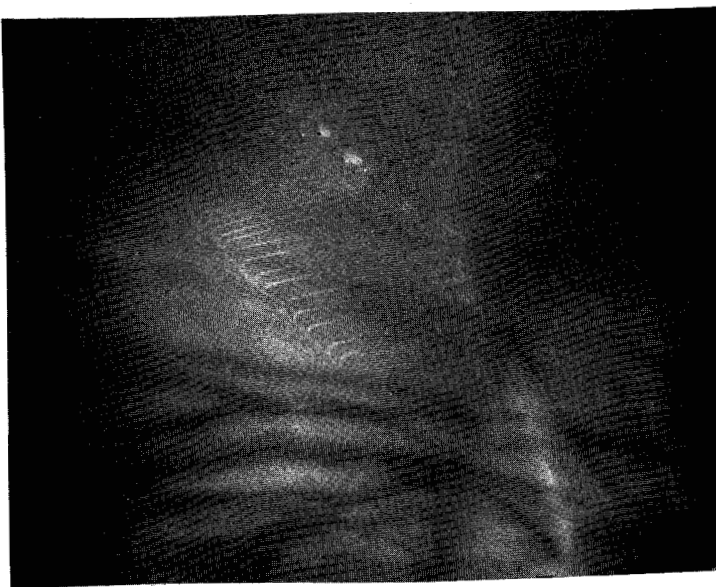
$g = 00\bar{2}$

Fig. 26

Lame mince de sillimanite montrant les cristallites parallèles à l'axe \bar{c} , qui donnent l'aspect fibreux à ce cristal.

1 μ

La largeur de ces domaines dans notre échantillon est de l'ordre du micron. Ceci explique à la fois l'aspect macroscopique fibreux de ce cristal (parfois appelé fibrolite) et l'impossibilité d'orienter le



$g = 001$

Fig. 25

Empilement de dislocations \bar{c} dissociées dans le disthène (Image en faisceau faible).

1 μ

III.3.2. Sous-structure de dislocation observée dans la sillimanite.

Les échantillons de sillimanite se présentent sous forme de longues régions monocristallines parallèles à l'axe \bar{c} (Fig. 26) et dont les désorientations relatives peuvent atteindre plusieurs dizaines de degrés.



$g = 00\bar{2}$

Fig. 26

Lame mince de sillimanite montrant les cristallites parallèles à l'axe \bar{c} , qui donnent l'aspect fibreux à ce cristal.

1 μ

La largeur de ces domaines dans notre échantillon est de l'ordre du micron. Ceci explique à la fois l'aspect macroscopique fibreux de ce cristal (parfois appelé fibrolite) et l'impossibilité d'orienter le

cristal par la méthode de Laue.

A l'intérieur de chacun des petits monocristaux, on observe des dislocations dont certaines ont pu être caractérisées par application du critère d'extinction habituel $\bar{g} \cdot \bar{b} = 0$ et $\bar{g} \cdot (\bar{b} \wedge \bar{u}) = 0$ valable pour les cristaux isotropes. Il s'agit pour la majeure partie de dislocations vis de vecteur de Burgers \bar{c} ($c = 5,57 \text{ \AA}$ est la plus petite période du réseau). Ces dislocations sont largement dissociées (Fig. 27).



$g = 004$

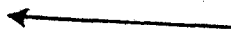
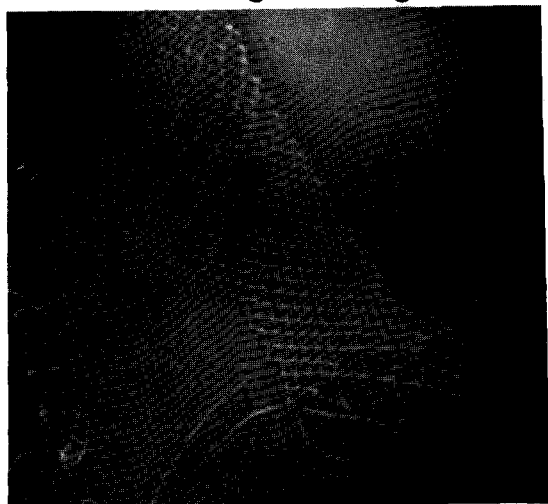


Fig. 27

Lame (010) de sillimanite. Dislocation \bar{c} vis dissociée.

1 μ

On observe d'autres dislocations dont les vecteurs de Burgers n'ont pu être caractérisés. Nous n'avons pas trouvé de \bar{g} qui les éteignent. (Fig. 28a et b).



$\bar{g} = 004$



$g = 1\bar{2}0$



BUS
LILLE

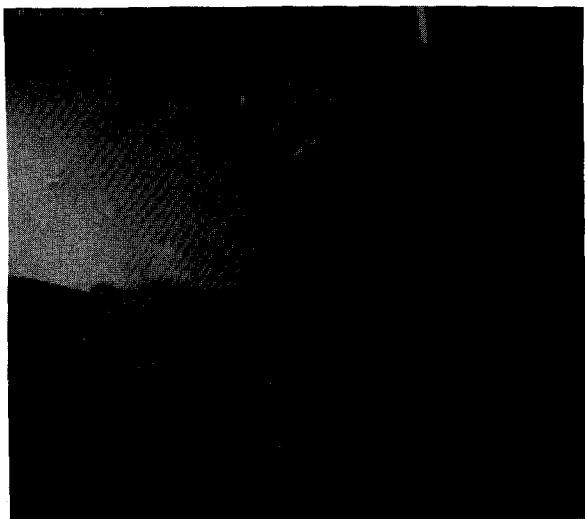
Fig. 28a et 28b

- a) Trois familles de dislocations ;
- b) Seuls les c vis ont été caractérisés (Image en faisceau faible).

Leurs vecteurs de Burgers semblent n'être ni \bar{a} ni \bar{b} , les plus petites translations du réseau après \bar{c} , car $\bar{g} = 004$ ne les éteint pas, ou bien l'anisotropie élastique empêche d'avoir de bonnes extinctions pour $g.b = 0$.

Etant donnée la grande similitude cristallo-chimique entre disthène et sillimanite, il est étonnant de ne trouver dans le disthène que les dislocations de vecteurs de Burgers \bar{c} . Notons cependant que dans la sillimanite, nous ne trouvons ces autres dislocations que dans des sous-joints, fréquents dans cette structure, et il n'est pas évident qu'elles soient glissiles. (Les dislocations libres sont toutes des dislocations \bar{c}). D'ailleurs, dans les sous-joints, ces dislocations non caractérisées sont beaucoup moins dissociées bien que leurs vecteurs de Burgers soient manifestement plus grands ; ceci peut être dû au fait qu'elles coupent ou distordent les chaînes du squelette, ce qui réduit considérablement leur mobilité.

On observe aussi de nombreux défauts plans qui n'ont pu tous être caractérisés. Certains sont manifestement des sous-joints qui peuvent être résolus en dislocations sur des images en faisceau faible (Figure 29). D'autres défauts plans non caractérisés séparent des régions très désorientées. {26}.



$g = 101$



Fig. 29

Image en faisceau faible de sous-joints et de fautes.

1 μ

Les clichés de diffraction de la sillimanite présentent des extinctions systématiques que nous pouvons interpréter par les symétries du cristal. La sillimanite appartient au groupe spatial Pbnm.

Le tableau ci-dessous donne les conditions de non-extinction :

Classe de Réflexion	Conditions de non-extinction (n = entier)
h k l	Pas de condition
h o l	$h + l = 2n$
k k o	Pas de condition
o k l	$k = 2n$
h o o	$h = 2n$
o k o	$k = 2n$
o o l	$l = 2n$

Ces conditions sont bien vérifiées expérimentalement pour des lames pas trop minces.

Dissociation et plan de glissement.

Les observations indiquent que les dislocations c sont dissociées en deux partielles colinéaires (extinctions simultanées des deux partielles). Comme pour le disthène, la dissociation $\bar{c} \rightarrow 1/2 \bar{c} + 1/2 \bar{c}$ conduit à une faute de faible énergie car elle conserve les entités tétraédriques et octaédriques et notamment les

chaînes. Cette faute change simplement les voisinages dans les doubles chaînes de liaison comme le montre la Figure 30 :

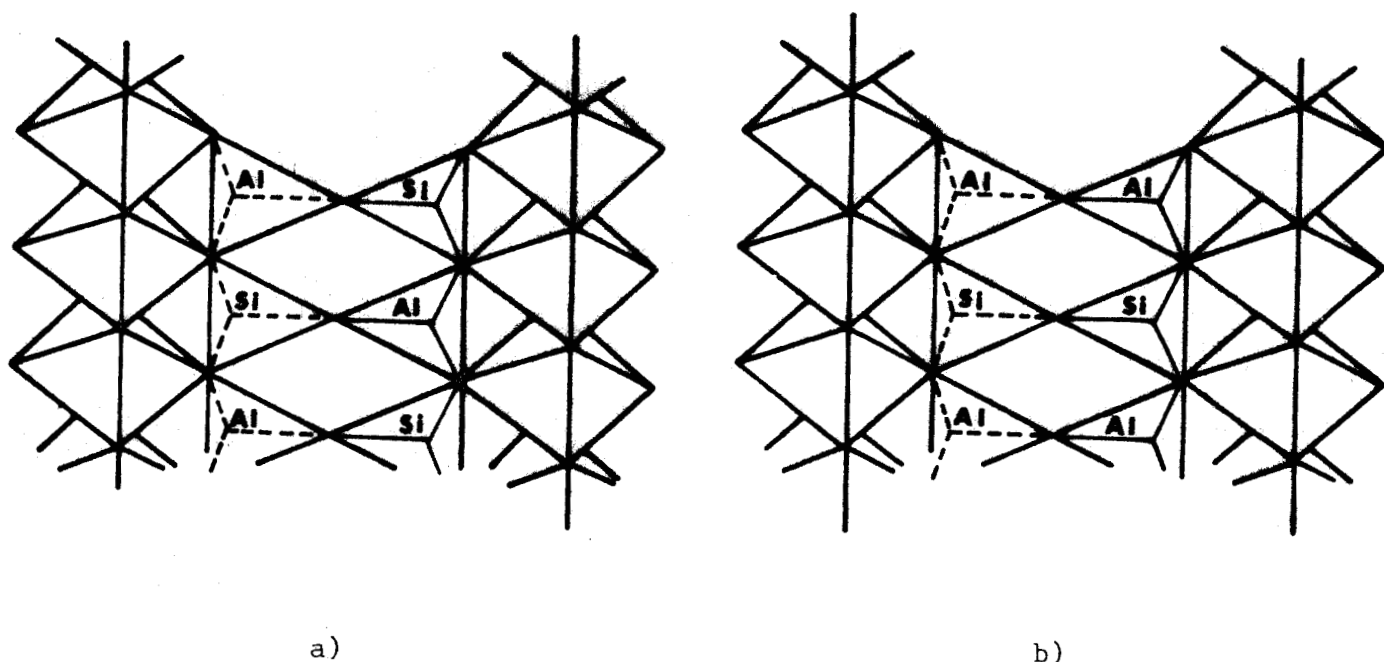


Fig. 30 : - a) Les doubles chaînes de tétraèdres avant le passage d'une dislocation : un tétraèdre SiO_4 est entouré de 3 tétraèdres AlO_4 et inversement ;

- b) Les doubles chaînes de tétraèdres après le passage d'une dislocation de vecteur de Burgers $\bar{c}/2$. Un tétraèdre SiO_4 est entouré de deux tétraèdres AlO_4 et d'un tétraèdre SiO_4 et réciproquement.

Une telle faute peut être réalisée dans les divers plans (100), (010), (110) et ($\bar{1}\bar{1}0$).

Nous avons donc cherché à caractériser le (ou les) plan(s) de dissociation en mesurant la largeur de dissociation apparente pour diverses inclinaisons de l'objet. Si d est la vraie largeur de dissociation et δ la largeur apparente mesurée sur l'image, on a :

$$\frac{\delta}{d} = \sin \phi \cos \chi$$

La technique utilisée est montrée (Fig. 31). La mesure de d par microdensitométrie permet de déterminer le plan de dissociation sans ambiguïté par comparaison avec les courbes théoriques obtenues pour les divers plans possibles.

Nous trouvons effectivement des dissociations dans les divers plans proposés, avec des largeurs de dissociation sensiblement équivalentes de l'ordre de 300 \AA . Etant données ces grandes largeurs de dissociations, les plans de glissement sont probablement les plans de dissociation.

En outre, comme il s'agit préférentiellement de dislocation vis, des glissements déviés (non nécessairement accompagnés de constriction) peuvent se produire qui conduiraient à du glissement non cristallographique (pencil glide). Il y a eu certainement de la montée de dislocations, car dans les sous-joints, les dislocations sont régulièrement espacées. C'est une bonne figure de recuit, car la densité de dislocations libres est faible et les sous-joints bien formés.

III. 3.3. Sous-structure observée dans l'andalousite.

L'andalousite a été très peu étudiée. Comme pour les autres polymorphes du système $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$, nous avons observé des dislocations de vecteurs de Burgers $1/2 \bar{c}$ et des défauts plans parallèles à l'axe \bar{c} (Fig. 32).



$g = 001$

Fig. 32

Dislocations et fautes parallèles à \bar{c} dans l'andalousite.

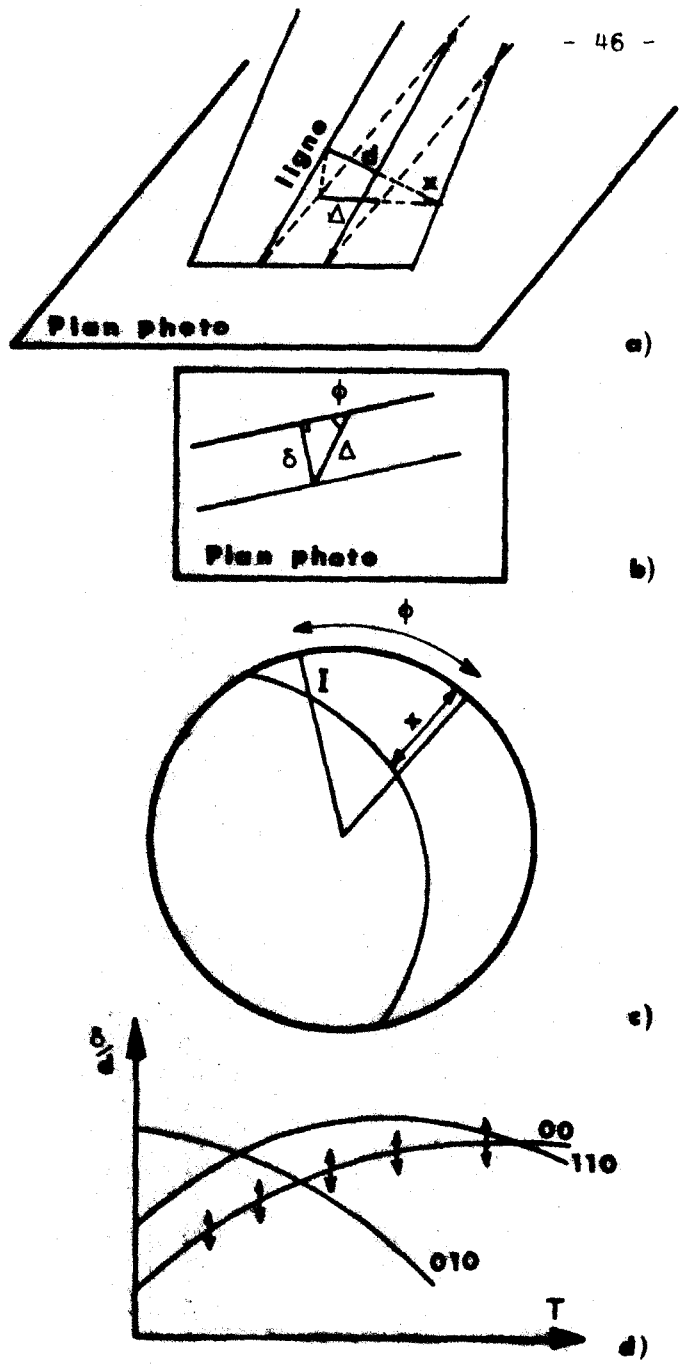


Fig. 31 : Description de la technique utilisée pour déterminer le plan de dissociation.

- a) Position du ruban de dislocation par rapport au plan de la photo. d est la largeur vraie de dissociation, Δ la projection de d sur le plan photo. χ est l'angle entre d et Δ .
- b) distance entre les images des partielles sur le plan photo : δ est l'angle entre Δ et la ligne de dislocation. La séparation apparente δ est mesurée avec un micro-densitomètre, pour une série d'images en condition de faisceau faible, avec des inclinaisons différentes de la lame ($-45 < \tau < +45$). Nous gardons rigoureusement les mêmes conditions de diffractions et de grandissement pour toutes les photos (M 17 sur le Philips EM 300).
- c) Détermination des deux angles ϕ et χ théorique, projection stéréographique du plan de la lame à Tilt = 0 (perpendiculaire au faisceau d'électron), I est la direction de la ligne de dislocation dans l'espace.
- d) Comparaison de la courbe obtenue, figurée par les flèches : \uparrow , avec les plans possibles de dissociation (τ est l'inclinaison de la lame). Dans notre cas, on voit que la courbe obtenue correspond au plan (100).



I.4.- INTERPRETATION ET DISCUSSION DE CES RESULTATS

La faible densité de dislocations observées dans le disthène, ainsi que le fait que nous n'ayons pas de sous-joints, rendent surprenant qu'un tel cristal ait pu accommoder une déformation arbitraire imposée par les processus géologiques, avec un seul système de glissement.

Les géologues ont montré que la région des montagnes rocheuses canadiennes d'où provenait notre disthène, avait subi de fortes déformations (Mansy, thèse Lille). A l'échelle des massifs rocheux, la déformation est étudiée par les géologues d'un point de vue cinématique qui ne fait pas intervenir les propriétés physiques des matériaux. A une échelle plus petite, la microscopie optique a montré que les autres minéraux voisins du disthène dans cette roche présentaient des traces de déformation plastique. Il est difficile de franchir le "gap" entre la déformation macroscopique du massif et la déformation du grain, mais nous nous attendions quand même à ce que le disthène étudié présente une plus forte densité de dislocations résultant de sa déformation plastique comme c'est le cas pour le quartz, l'olivine...

On peut alors se demander si les dislocations observées ne sont pas plutôt des dislocations de croissance que le disthène aurait cristallisées dans cette roche postérieurement à la déformation. Ceci montre la grande complexité des déformations géologiques.

Pour tirer des renseignements de telles observations, il est nécessaire de comparer les sous-structures de dislocations observées aux sous-structures obtenues lors de déformations expérimentales.

Dans ce type de comparaison, le marqueur est surtout la densité de dislocations et leur morphologie. C'est pour cette raison que nous avons entrepris une étude de déformation du disthène en compression uniaxiale à vitesse constante qui est développée dans le chapitre suivant.

Dans la sillimanite, les défauts de réseau s'interprètent bien à partir du modèle cristallo-chimique développé au chapitre II. Les fautes de faible énergie et les plans de glissement aisés des dislocations ne perturbent pas le squelette des chaînes d'octaèdres AlO_6 .

Seul l'ordre des tétraèdres de liaison SiO_4 et AlO_4 est affecté, comme pour la transition sillimanite \rightarrow mullite, ceci permet de comprendre au moins qualitativement que l'on puisse accoler des cristallites d'orientation différente à condition que leurs chaînes d'octaèdres (axe \bar{c}) soient parallèles. La nature de ces interfaces reste à étudier. La sous-structure de dislocation de la sillimanite, bien arrangée en sous-joints, est cohérente avec une déformation haute température, comme l'indique le diagramme de phase.

Si certains joints parallèles à \bar{c} , séparant les domaines, peuvent s'être formés pendant la croissance du matériau et non pendant la déformation, d'autres composés de dislocations \bar{c} sont manifestement la trace d'une déformation haute température. Le problème du nombre de systèmes de glissements actifs reste ouvert. Comme pour le disthène, on comprend mal comment la sillimanite peut accommoder une déformation arbitraire.

CHAPITRE IV.

DEFORMATION PLASTIQUE DU DISTHENE

IV.1. - RAPPELS DES RESULTATS ANTERIEURS

Les études de déformation plastique du disthène sont très peu nombreuses. C.B. RAYLEIGH en 1965 {20} fut le premier à étudier la déformation plastique du disthène. Il observa des lignes de glissement sur les différentes faces de l'échantillon dont il déduisit les caractéristiques du système de glissement unique du disthène : plan de glissement (100) ; direction de glissement [001]. Il a réalisé des déformations de 5 à 10 % sous une pression de confinement de 5 à 7 k bars et dans un domaine de température de 700° à 800°C. Ses observations au microscope optique révèlent essentiellement l'existence de bandes de pliage, mais ne mettent pas en évidence des macles mécaniques qui auraient été produites par la déformation. Plus récemment, BOWLAND, HOBBS et Mc LAREN 1977 {21} ont repris l'étude de la déformation du disthène dans les conditions particulières suivantes : l'éprouvette est cylindrique ($\phi = 5$ mm), le plan (100) (le plan de glissement) est orienté parallèlement à l'axe du cylindre et la direction de compression est [001]. La pression de confinement est obtenue par deux types d'appareillage : l'appareil de Griggs où le milieu de confinement est solide et l'appareil de Paterson où le milieu est gazeux. La pression de confinement atteinte est de l'ordre de 15 k bars dans un domaine de température allant de 400° à 900°C.

Ils observèrent par microscopie optique, des bandes de pliage possédant des "stries" à l'intérieur. Ces stries sont identifiées, par microscopie électronique comme étant des micro-macles. Le microscope électronique révéla également la présence de fautes d'empilement, bordées par des dislocations partielles, de vecteur de Burgers $1/2$ [001] ; ils appellent ce type de faute : super dislocation.



Ces premières études ont été réalisées dans le but d'observer les différents types de sous-structures obtenues dans différentes conditions expérimentales. Ces auteurs n'ont pas cherché à déterminer les paramètres d'activation du glissement du disthène, ni la limite élastique en fonction de la température et de l'orientation de la contrainte, ce que nous avons tenté de réaliser.

IV.2. - TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Nous avons pu déformer sous pression de confinement des échantillons de disthène à différentes températures. Ce type d'essais, précis et fiable, nous a permis de suivre l'évolution de la limite élastique en fonction de la température. De plus, à la température ambiante, il a été possible de mesurer le volume d'activation par la méthode classique de relaxation de contrainte. L'évolution des volumes d'activation en fonction de la déformation, donne pour cette température particulière, une détermination précise de la limite élastique : elle correspond à la valeur de la contrainte pour laquelle le volume d'activation cesse d'évoluer et atteint sa valeur constante qui correspond au processus microscopique stationnaire de glissement. Nous rappelons brièvement en annexe II la thermodynamique du processus de glissement activé.

IV.2.1. Préparation des éprouvettes.

L'orientation des éprouvettes est choisie de manière à ce que le facteur de Schmid $\phi = \cos \theta \sin \chi$ du système de glissement soit maximum.

θ = angle entre la direction de compression et la normale au plan de glissement, voisin de 45° .

χ = angle entre la direction de compression et la direction de glissement proche de 45° , ce qui correspond à un facteur de Schmid ϕ de l'ordre de 0,5.

L'orientation des échantillons est déterminée au moyen de la technique de Laue par retour. Les éprouvettes sont taillées à l'aide d'une scie diamantée. Les faces sont rectifiées avec une polisseuse mécanique et un porte-échantillons en forme

d'équerre, pour obtenir un bon parallélisme des têtes d'échantillons. Le cristal dans lequel nous avons taillé les éprouvettes possède des caractéristiques assez exceptionnelles :

1° La taille (10cm x 2 x 2cm) permet l'extraction de l'ensemble des éprouvettes, assurant ainsi une bonne homogénéité du matériau.

2° Il semble de bonne qualité cristalline (peu d'inclusion).

IV.2.2. Système de compression.

La compression est effectuée au moyen d'une machine Instron permettant d'obtenir des vitesses aussi lentes que 5 μ /mm. Ces vitesses extrêmement faibles limitent les risques de rupture de l'éprouvette. La machine Instron est équipée d'un montage "inversé" permettant une introduction commode du dispositif : plateaux - échantillons, dans un four pour les essais en température. Le four (Adamel) permet d'atteindre 1 000°C avec la précision de $\pm 2^\circ\text{C}$.

Les essais de compression ont été effectués à trois températures différentes : 20°C, 300°C, 600°C à la vitesse constante de 5 μ /mm. Le taux de déformation obtenu pour les essais à 20°C et 300°C n'excède pas quelques pourcents; par contre il atteint 10% dans l'essai réalisé à 600°C.

IV.3. - RESULTATS EXPERIMENTAUX

IV.3.1. Éprouvettes déformées à l'ambiante.

Les résultats obtenus sur trois éprouvettes différentes conduisent tous à une limite élastique résolue étonnamment faible, 750 à 850 g/mm^2 . Ce qui montre une grande reproductibilité de nos mesures expérimentales (Fig. 32). La pente élastique dans laquelle on ne décèle aucun stade microplastique (absence d'allure parabolique) est suivie d'un stade plastique sans aucun durcissement. On passe directement du stade élastique à un régime stationnaire où la contrainte et le volume d'activation n'évoluent plus.

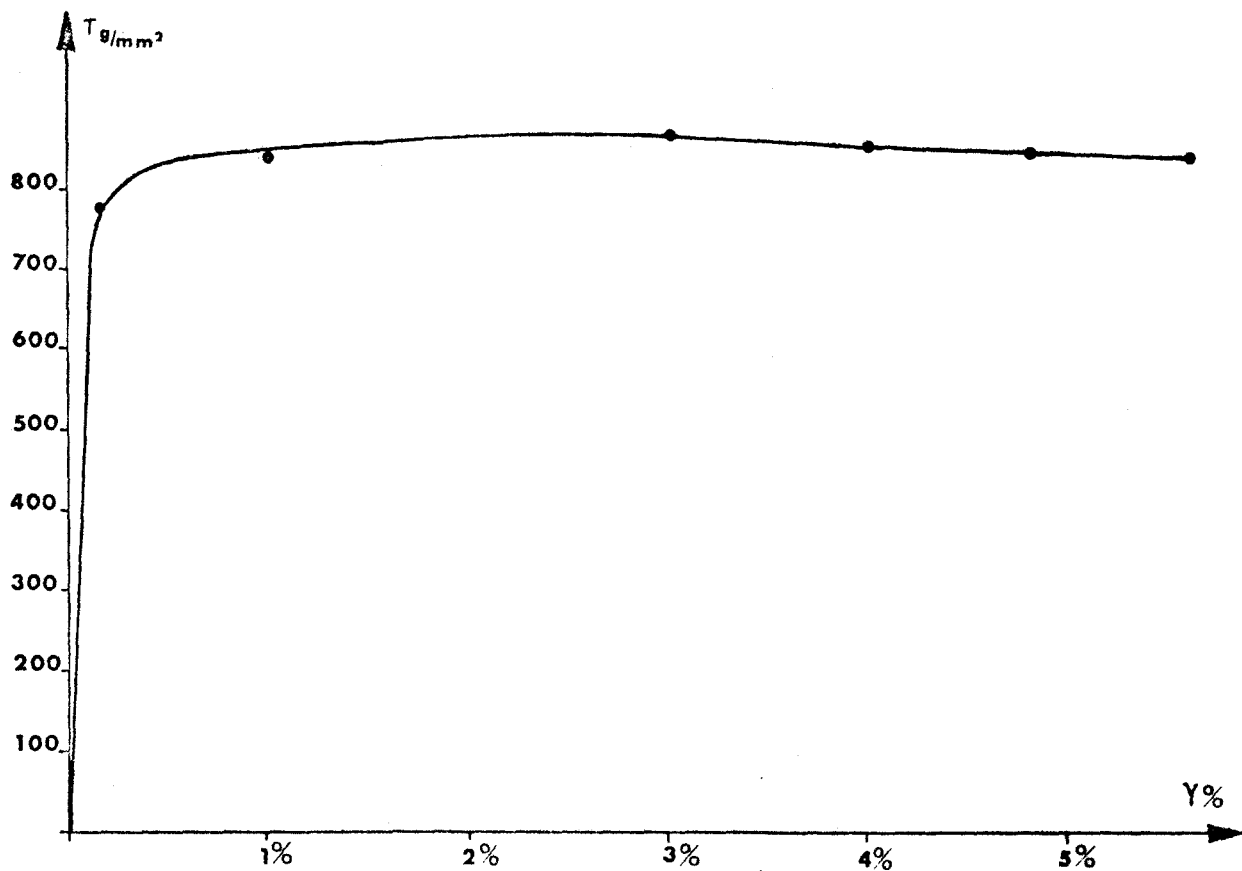
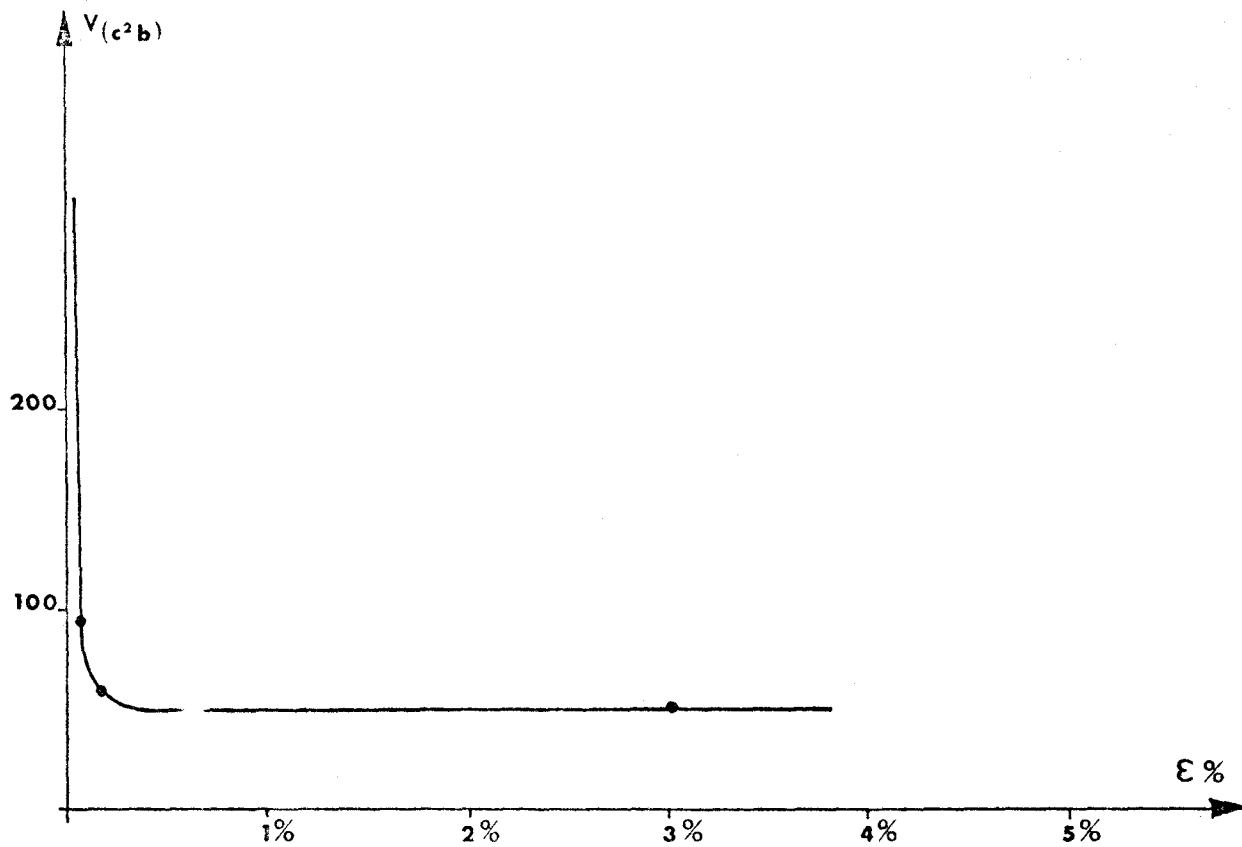


Fig. 32 : Courbes "contrainte - déformation" et "Aire activée - déformations" obtenues pour la température ambiante.



Le volume a une valeur de l'ordre de $60 c^2 b$.

La pente élastique permet une évaluation du module de cisaillement, que nous donnons sous toute réserve, juste pour montrer l'ordre de grandeur, $\mu \approx 600 \text{ kg/mm}^2$, ce qui correspond à un module d'Young $E = 2\,500 \text{ kg/mm}^2$. La détermination de cette valeur nécessite l'évaluation de la rigidité de la machine et du montage de compression.

IV.3.2. Eprouvettes déformées à 300°C et 600°C.

Le comportement plastique de nos éprouvettes est très différent dans cette gamme de température. Il n'existe plus de rupture de pente franche entre le stade élastique et le stade plastique, ce qui rend imprécise la détermination de la limite élastique. De plus, les courbes présentent des instabilités dont l'amplitude et la fréquence semblent croître avec la température. Ceci empêche toute détermination des volumes d'activation et par conséquent toute évolution de la limite élastique par ce procédé. Les figures 33 et 34 représentent les courbes moyennes $\sigma(\epsilon)$ où l'on a éliminé les instabilités.

L'observation optique des éprouvettes après déformation ne montre pas de fissure ; on ne peut donc pas attribuer les instabilités des courbes contraintes - déformation à l'initiation et à la propagation de fissures.

Les instabilités pourraient donc correspondre soit à du maclage, soit au mouvement de paquets de dislocations (plutôt qu'au mouvement non corrélé de dislocations individuelles). La contrainte d'écoulement reste très faible même lorsque la déformation atteint 10% environ.

IV.4. - DISCUSSIONS

Les différents essais que nous avons réalisés montrent qu'il est possible de déformer plastiquement le disthène, sans fissuration, ni rupture, bien qu'il n'y ait pas de pression de confinement.

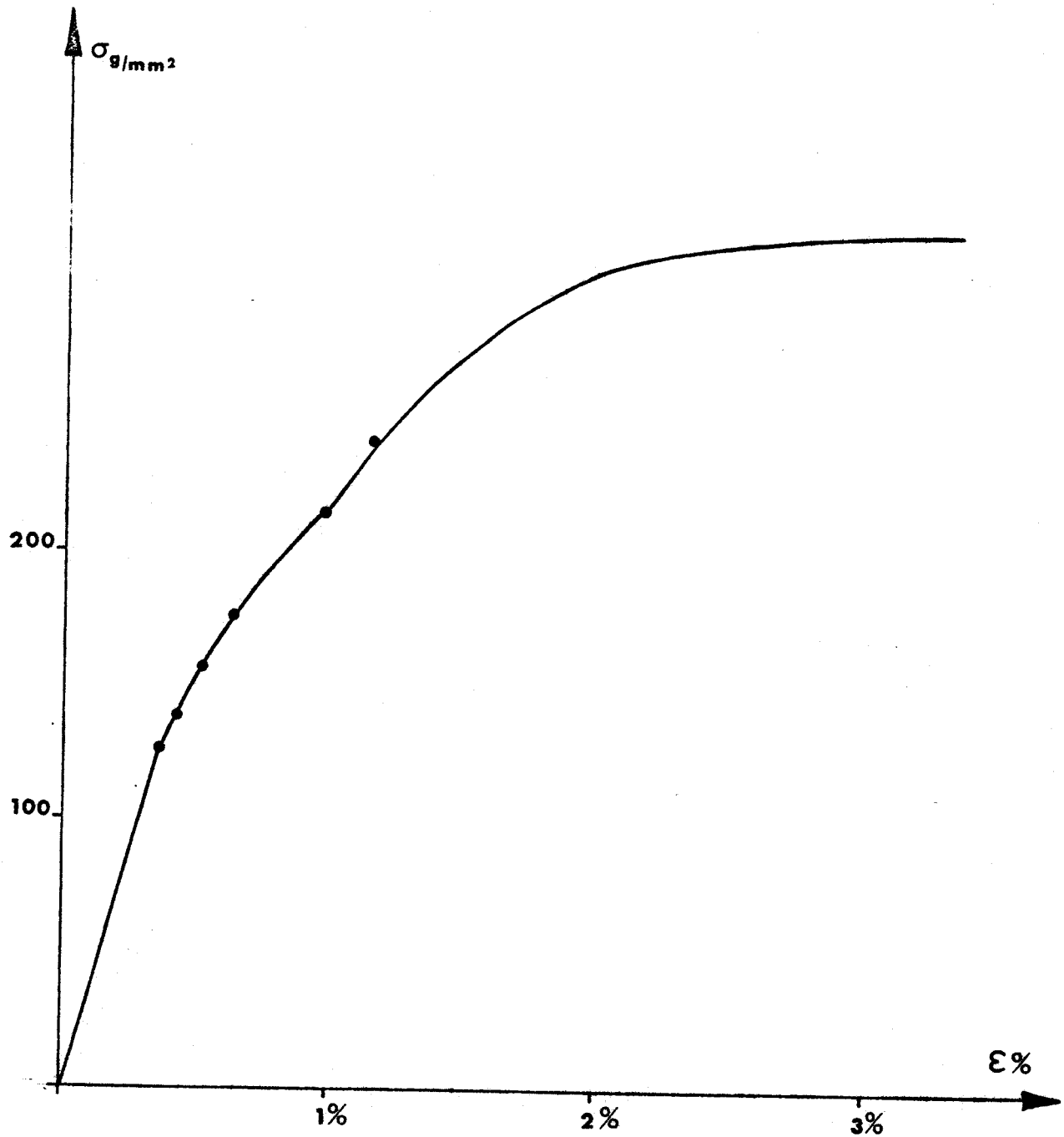


Fig. 33 : Courbe "contrainte - déformation" obtenue pour la température de 300°C.

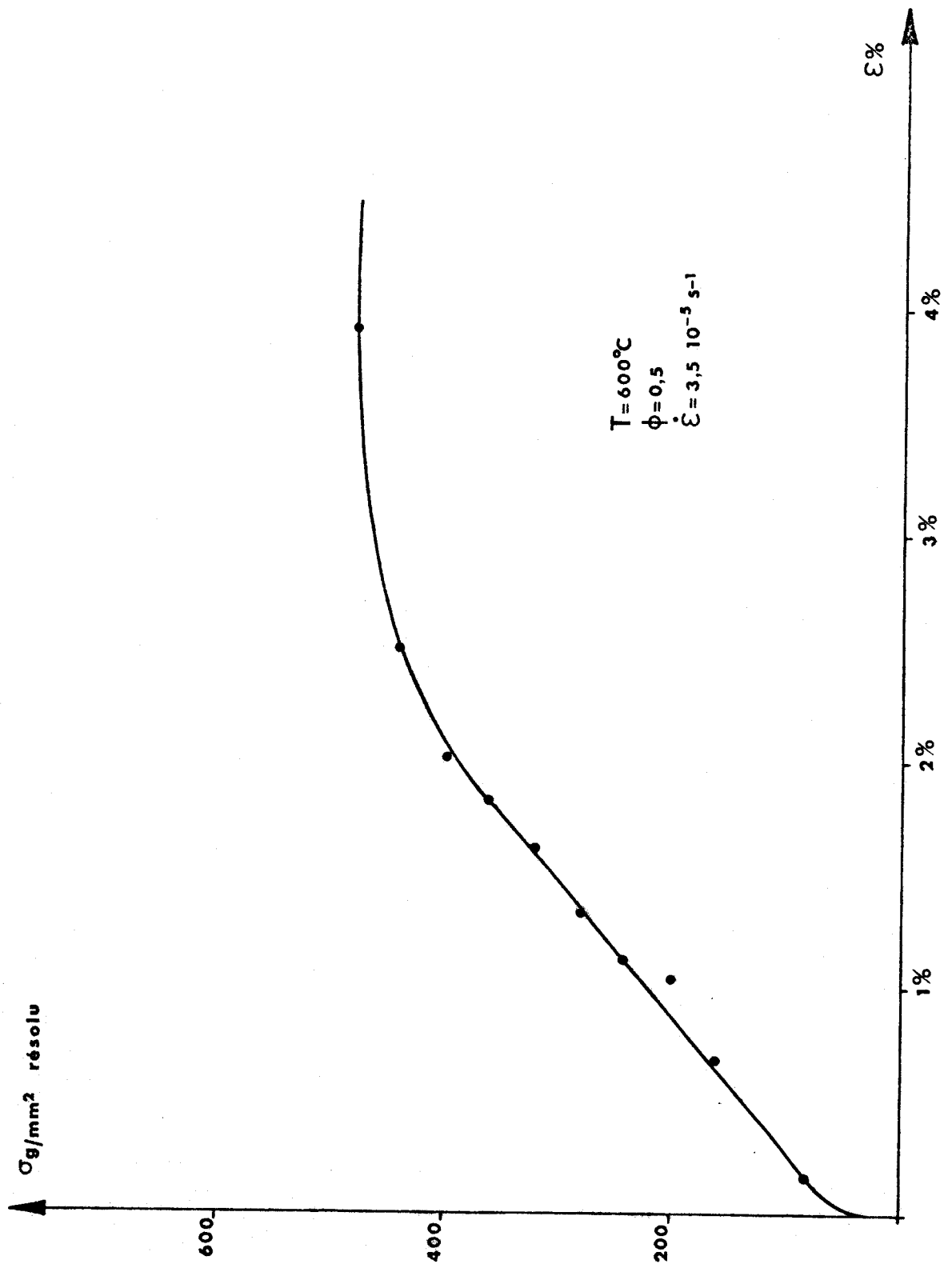


Fig. 34 : Courbe "contrainte - déformation" obtenue pour la température de 600°C .

Ceci est lié au choix de l'orientation de l'axe de compression permettant un glissement facile des dislocations. Par contre, dans les essais de BOWLAND et "COLL" {21}, l'axe de compression choisi annule le facteur de Schmid dans le système de glissement. Le cristal ne peut donc se déformer sans fracture que s'il y a une pression de confinement. La déformation qu'ils obtiennent peut s'expliquer de la manière suivante :

Au premier stade de la compression, il ne peut pas y avoir glissement (facteur de Schmid nul). Il ne peut y avoir que maclage ou pliage (kinking). Les auteurs observent la formation rapide de bandes de pliage qui modifient l'orientation de certaines parties de l'éprouvette, où le facteur de Schmid prend alors des valeurs faibles mais non nulles ; le glissement des dislocations devient possible mais il correspond à une contrainte très élevée, ce qui est observé expérimentalement. Après déformation, l'échantillon est très fissuré malgré la pression de confinement.

Dans les conditions expérimentales que nous avons choisies, la déformation plastique du disthène peut être due soit à la propagation des dislocations, soit à la formation de macles, soit à un mélange des deux phénomènes.

La présence des instabilités peut être attribuée au mouvement collectif et corrélé de dislocations ou bien à la formation de macles. Comme nous le montrerons dans le paragraphe suivant, les observations de BERG BARRETT ne permettent pas de trancher entre ces deux hypothèses.

IV.5. - OBSERVATION DE LA SOUS-STRUCTURE APRES DEFORMATION

L'étude de l'évolution de la sous-structure après déformation a été réalisée par microscopie optique, par topographie X en réflexion (B.B.) puis par microscopie électronique par transmission.

IV.5.1. Observation des éprouvettes au microscope optique.

Ces observations ne se rapportent qu'à l'échantillon déformé à température ambiante. On observe sur la surface de l'échantillon des lignes soulignant la trace du seul plan (100), qui peuvent être attribuées soit au glissement de dislocations, soit à des macles très fines activées dans ce plan. La déformation n'est pas homogène (Fig. 35), même dans la partie centrale de l'échantillon où le glissement de dislocations ne peut pas être gêné par les plateaux de compression.

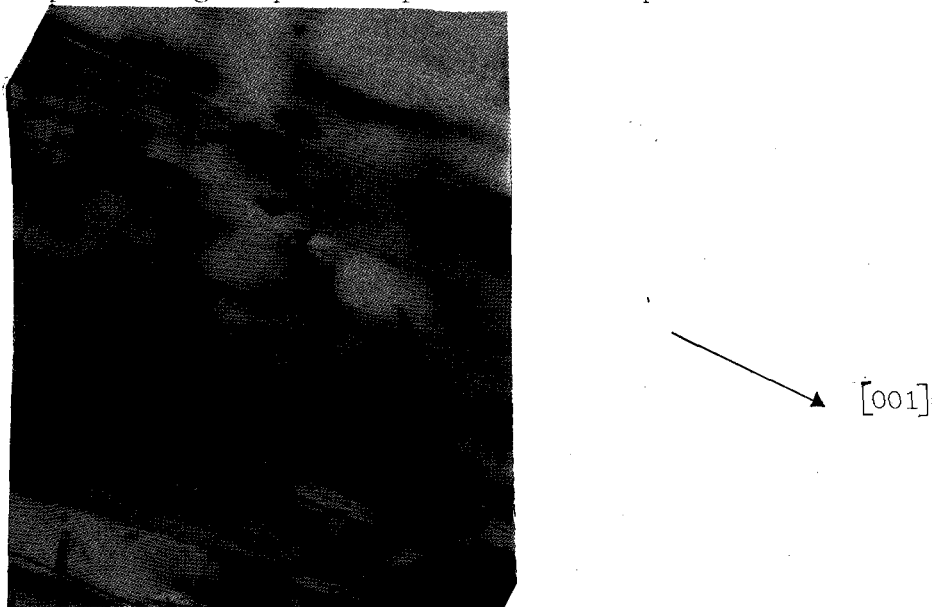


Fig. 35 : Lignes de glissement observées en microscopie optique (grossissement 200).

Nous pouvons mesurer le pourcentage de déformation dans certaines bandes, par le déplacement des rayures de polissage laissés sur la surface. Cette déformation peut atteindre plus de 100% (Fig. 36).

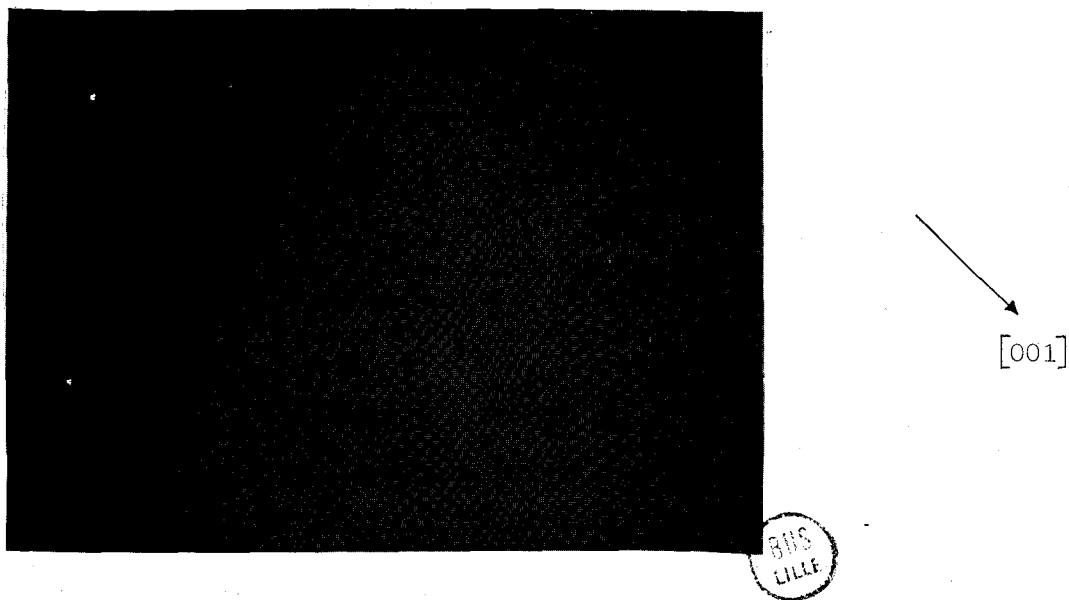


Fig. 36 : Déplacement non homogène des rayures de polissage par les bandes de glissement.

Les courbes contraintes - déformation permettent de mesurer la limite élastique et de montrer qu'il n'y a pas de durcissement. Mais nous ne pouvons pas évaluer le pourcentage de déformation à cause de l'hétérogénéité de celle-ci. Cette hétérogénéité de la déformation pourrait être liée à la présence d'impuretés qui est détectable au microscope optique dans les zones déformées sous forme de précipités de 20 μ environ de diamètre.

IV.5.2. Observation de la sous-structure de déformation par la méthode de Berg-Barrett.

IV.5.2.1. Origine des contrastes :

Les topographies de Berg-Barrett sont des topographies par réflexion de rayons X, qui permettent d'examiner la sous-structure à l'échelle de l'échantillon {27}.

Le contraste des topographies de Berg-Barrett est directement relié à la largeur du domaine de réflexion $\Delta\theta$ autour de l'angle de Bragg θ . Dans un cristal parfait, la topographie montre un fond gris continu. Des dislocations ou un autre défaut produisent localement une distorsion du réseau. Cette distorsion conduit à une diminution de l'extinction primaire qui donne sur le film un contraste noir sur fond continu gris. C'est le "contraste d'extinction primaire". En outre, la présence de sous joints entraîne des désorientations du réseau produisant un écart aux conditions de Bragg pour la région correspondante du cristal. Suivant la position de l'axe de rotation du sous joint par rapport au montage, on a un "contraste de déplacement" ou un "contraste de rotation".

IV.5.2.2. Dispositif de Berg-Barrett

Nous avons utilisé une chambre de Berg-Barrett à anticathode de chrome ($\lambda K\alpha = 2,29 \text{ \AA}$) avec un filtre de vanadium pour éliminer la radiation $K\beta$. Les conditions utilisées sont $V = 45 \text{ kV}$ $I = 8 \text{ mA}$.

Les plaques photographiques utilisées sont des plaques HRP Kodak. Pour obtenir une bonne résolution, il faut prendre une réflexion dont le facteur de structure est grand, et qui est accessible sur le Berg-Barrett, c'est à dire θ_{Bragg} le plus près possible de 45° et que l'angle entre la face à topographier et le faisceau incident soit minimum.

Nous avons topographié la face de l'éprouvette proche de (010) et nous avons pris la réflexion $\bar{4} 4 2$ qui donne un $\theta_{\text{Bragg}} = 57,34^\circ$ et qui a un facteur de structure = 134 valeur exp d'après Burnham.

IV.5.2.3. Observation de la sous-structure

La figure 37 est une topographie de Berg-Barrett réalisée sur l'échantillon déformé à température ambiante. Cette topographie est en accord avec les observations faites en microscopie optique. Nous observons des lignes de glissement localisées dans la partie centrale de l'échantillon (contraste noir sur fond gris), orientées dans la direction $[001]$.

On peut remarquer des lignes de contrastes perpendiculaires à la direction de glissement. Ces lignes pourraient être dues à des sous-joints de dislocations \vec{c} , ou à des macles. Comme nous le montrons dans le chapitre suivant, la microscopie électronique n'a pas permis de confirmer ces différentes hypothèses.

La topographie de Berg-Barrett permet seulement de montrer que le glissement est localisé (nous devrions parler de fines bandes de glissement plutôt que de lignes de glissement) et non homogène, car sur la Figure 37, nous pouvons observer une rayure qui n'a pas été déplacée régulièrement lorsqu'elle traverse les bandes de glissement.

La figure 38 montre une topographie réalisée sur l'échantillon déformé à 300°C . Nous observons de fines bandes de glissement, toujours localisées dans la partie centrale et orientées dans la direction $[001]$. Les lignes de contraste perpendiculaires à la direction de glissement sont plus nombreuses que sur la topographie précédente.

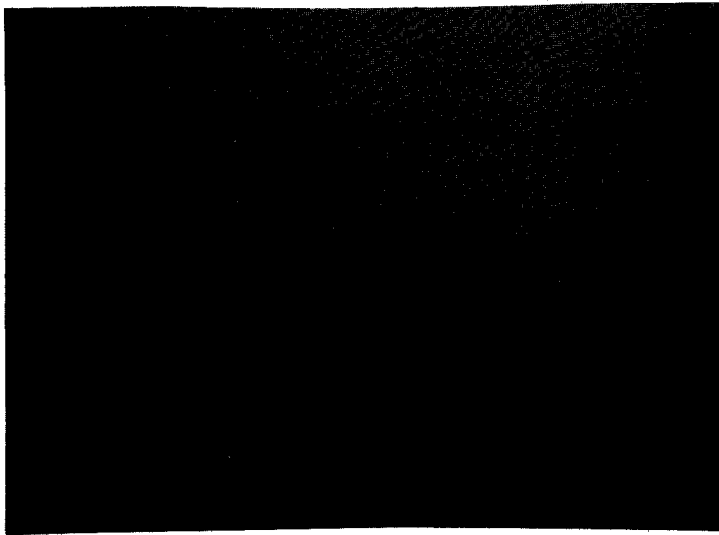
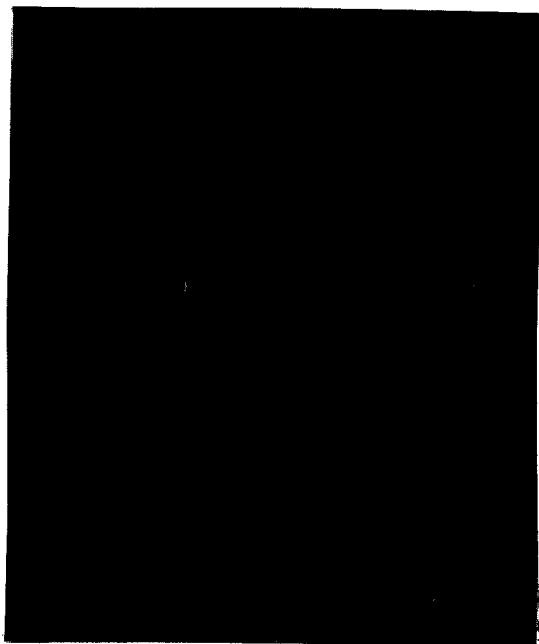


Fig. 37 : Topographie de Berg-Barrett, montrant les lignes de glissement ainsi qu'un contraste perpendiculaire à ces lignes (réalisé sur l'échantillon déformé à température ambiante).



MS
LILLE

Fig. 38 : Topographie de Berg-Barrett réalisée sur l'échantillon déformé à 300°C. Lignes de glissement et contraste perpendiculaire à ces lignes.

La figure 39 est une topographie réalisée sur l'échantillon déformé à 600°C. Toujours les mêmes phénomènes, bandes de glissement localisées et contrastes perpendiculaires à ces bandes encore plus nombreuses que sur la topographie réalisée sur l'échantillon déformé à 300°C.

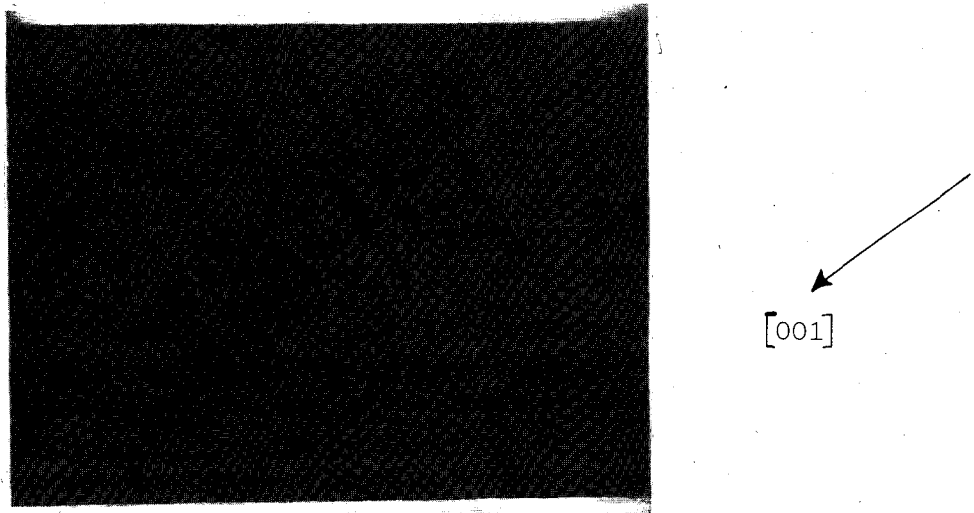


Fig. 39 : Topographie réalisée sur l'échantillon déformé à 600°C (phénomène de double réflexion).

En résumé, on peut dire que la sous-structure observée sur les échantillons déformés aux trois températures montre des lignes de contraste suivant les traces du plan (001). L'intersection des lignes de contraste avec les rayures de surface indique que ces dernières sont plus ou moins cisailées. Dans le cas d'un maillage, ce cisaillement serait proportionnel à l'épaisseur de la ligne de glissement. Ce n'est pas le cas, les contrastes correspondent donc à du glissement très hétérogène dans (100), [001].

Le deuxième type de contraste perpendiculaire au précédent pourrait être dû à des sous-joints ou à des macles dans (001) dont le mouvement expliquerait les instabilités enregistrées sur les courbes contrainte - déformation. Cependant nous n'avons pas pu caractériser complètement les défauts responsables de ce contraste ni en Berg-Barrett ni en microscopie électronique.

IV.5.3. Observation de la sous-structure de déformation en microscopie électronique.

Nous avons d'abord réalisé des lames minces d'orientation (100) par la méthode décrite au paragraphe III, dans les divers échantillons déformés. L'observation de ces lames minces a révélé une très faible densité de dislocations ($<10^7 \text{cm}^{-2}$) aussi bien dans les échantillons déformés à température ambiante que dans les échantillons déformés à 300°C et à 600°C (Fig. 40).

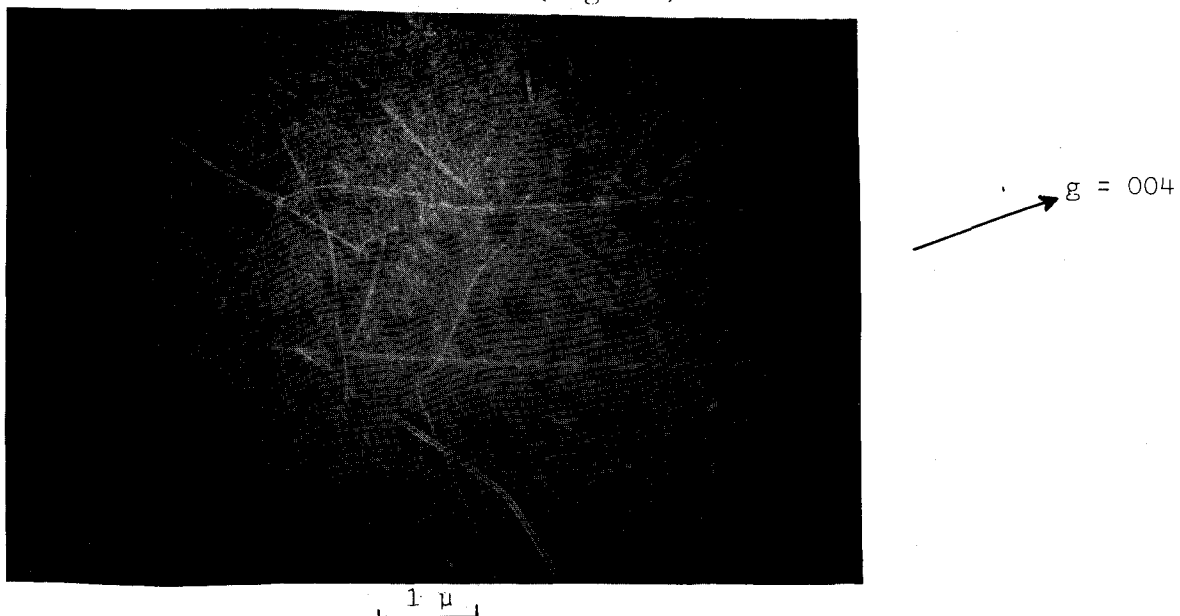


Fig. 40 : Densité typique de dislocations après déformation ($<10^7 \text{cm}^{-2}$)

Ceci est étonnant pour des échantillons déformés de 5% et plus, mais comme on a vu que la déformation est très hétérogène, il est toujours possible que les échantillons aient été coupés entre deux bandes de glissement.

Nous avons donc découpé des échantillons d'orientation (010) dans une éprouvette déformée à température ambiante. Nous avons dû pour cela enrober l'échantillon dans une résine époxy avant de le scier et de le polir mécaniquement (la lame mince est très fragile (010) car perpendiculaire au plan de clivage (100)).

Dans ces lames (010), nous n'avons observé aucune macule et la densité de dislocations est toujours très faible. On observe quelques empilements d'une petite dizaine de dislocations situées dans (100) (donc vues de bout) au sein de larges plages vierges.

En outre, dans quelques régions, nous avons observé des fautes très étendues (de l'ordre du micron), situées dans (100) et bordées par des dislocations (Fig. 41).

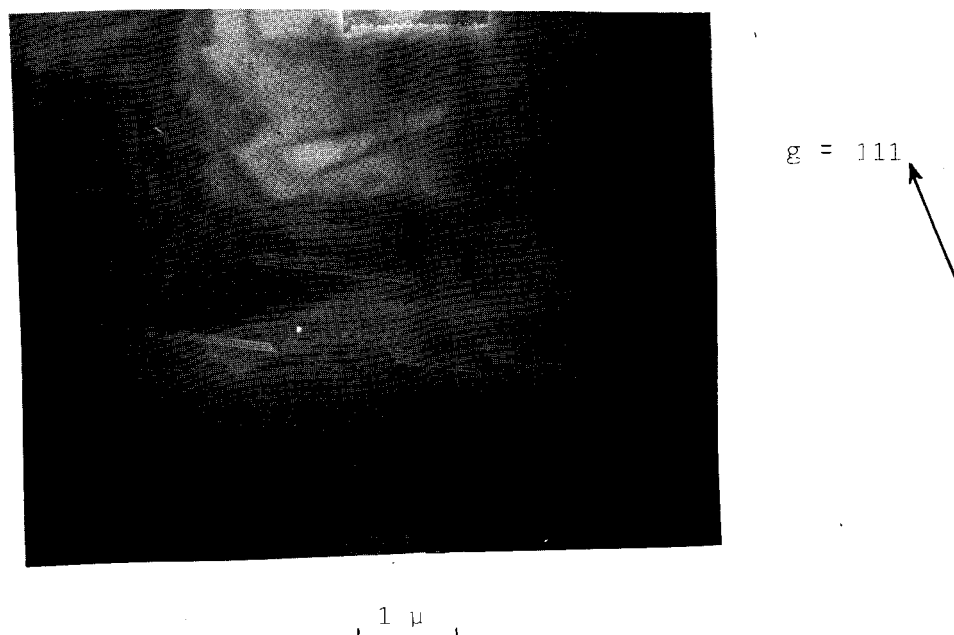
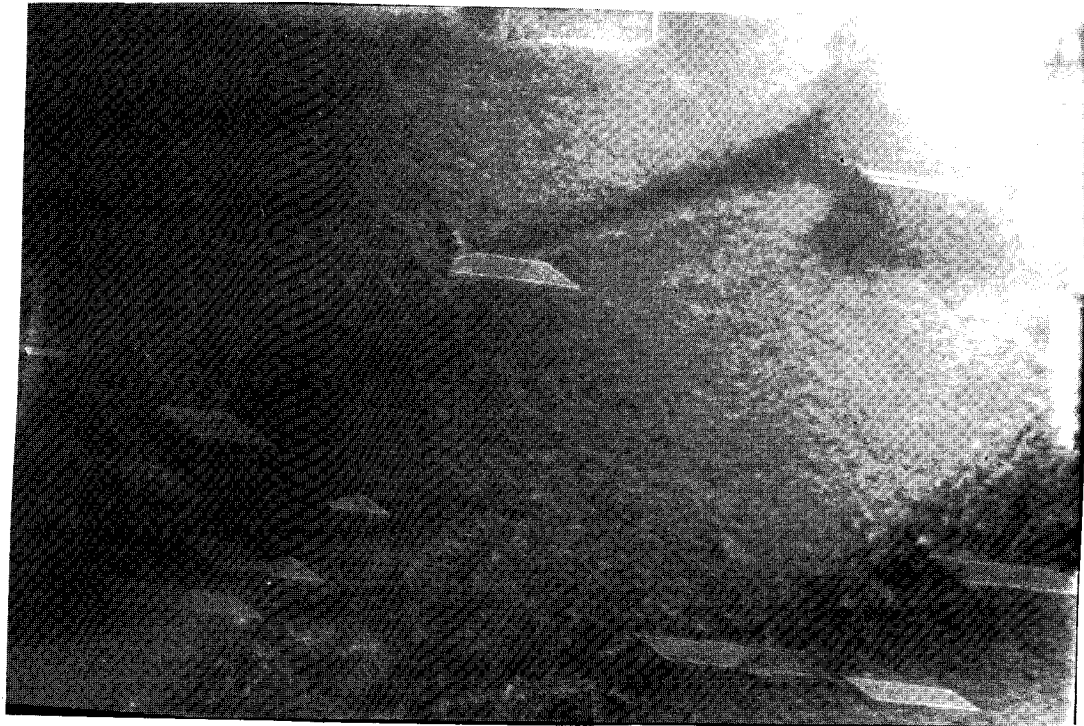


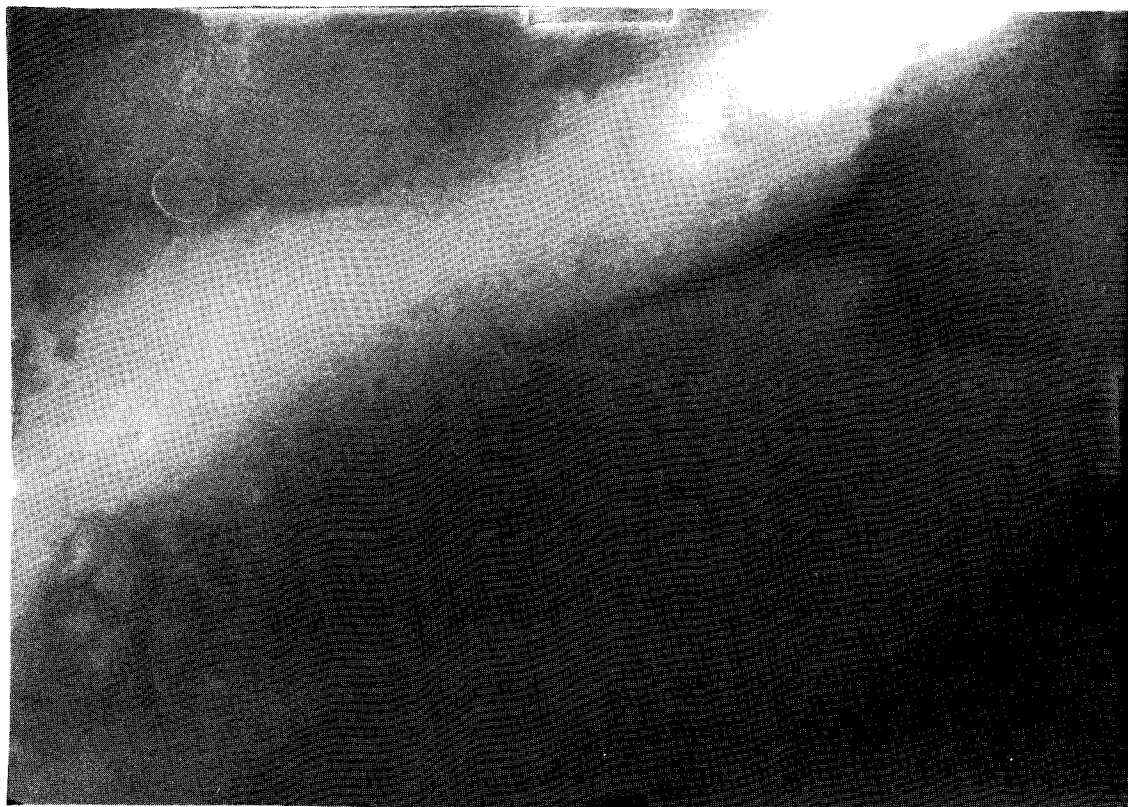
Fig. 41 : Lamelle (010) Système de franges dues à des fautes étendues situées dans (100).

L'analyse du contraste de frange conduit à un vecteur de faute $\bar{R} = 1/2 [001]$ qui est aussi le vecteur de Burgers des dislocations partielles bordant les fautes (Fig. 42-43).



↓
 $g = \bar{2}\bar{1}1$

Fig. 42 : Franges dues à des fautes étendues situées dans (100) bordées par des dislocations.



↓
 $g = \bar{1}\bar{1}0$

BUS
LILLE

Fig. 43 : Franges et dislocations éteintes $g \cdot \bar{R} = 0$
 $g \cdot \bar{b} = 0$

Il s'agit donc des mêmes dislocations que nous observons toujours dans cette structure mais elles sont plus largement dissociées ici, ce qui signifierait que leur énergie de faute γ est plus faible si on observe effectivement une configuration d'équilibre. La diminution de γ pourrait être due à un désordre structural local ou à une variation de concentration d'impuretés.

IV.5.4. Discussion.

Nous avons fait plusieurs hypothèses pour interpréter le fait que la déformation laisse très peu de traces observables.

1°) pas de durcissement, donc les dislocations traverseraient facilement tout le cristal et une faible densité de dislocations mobiles suffirait à accommoder la déformation.

2°) La déformation est hétérogène et on n'aurait observé que les régions non déformées.

3°) La déformation se fait par maclage, ce qui expliquerait les instabilités sur les courbes, mais les macles étant parallèles au plan (100) de la lame, ne seraient pas visibles.

Dans les lames minces (010), nous n'avons pas vu de macle, ce qui élimine l'hypothèse 3. Etant donné que nous avons découpé tout l'échantillon en lames minces pour observer le plus grand nombre de zones, soit en lames (100), soit en lames (010), il est peu probable qu'on soit toujours passé à côté de bandes de déformation, ce qui élimine 2. La seule hypothèse restante est que les dislocations soient très mobiles, au moins dans les bandes de glissement et que la densité de dislocations mobiles soit très faible $\epsilon = \rho v b$ (v grand, ρ petit).

Nous pouvons donc dire que la déformation, au moins dans certaines bandes est très facile sous pression de confinement. Le problème est de savoir comment avec un seul système de glissement, on peut amorcer une source de Frank-Read et pourquoi il y a des instabilités à haute température. Avec un seul système de glissement, et même un seul vecteur de Burgers, il ne peut y avoir de noeud qui amorcerait un segment de dislocation glissile susceptible de fonctionner en source de Frank-Read. Il faut trouver un autre type d'ancrage. Si les sources sont difficiles à amorcer et si elles peuvent se tarir, on peut expliquer les instabilités sans avoir recours ni aux macles ni à un mécanisme du type Portevin Lechatelier. C'est le modèle que avons essayé de développer ci-dessous.

IV.6. - TENTATIVE D'INTERPRETATION DE LA DEFORMATION DU DISTHENE PAR GLISSEMENT DES DISLOCATIONS.

Les résultats expérimentaux obtenus dans ce travail montrent que la déformation du disthène obtenue dans les conditions expérimentales utilisées est liée au phénomène de nucléation et de propagation des dislocations. L'absence de macles dans les différentes observations en microscopie électronique ne permet pas de justifier, même si elles existent et sont très peu nombreuses, les taux de déformation importants obtenus dans les différents essais.

Nous devons donc justifier de la présence de sources de dislocations et décrire l'origine des instabilités observées lors de la déformation sur les courbes contraintes - déformation.

Ces différents points sont cependant délicats puisque nous nous trouvons dans le cas très particulier d'un seul système de glissement où il n'est pas possible d'imaginer la présence d'une forêt de dislocations puisqu'elles ont toutes le même vecteur de Burgers. Il n'existe donc pas de points d'encrage pour les dislocations par jonction des dislocations de glissement et de dislocations de la forêt, donc pas de source de Frank et Read traditionnelle.

D'autre part, les essais effectués à des températures différentes recouvrent en fait deux domaines de plasticité distincts que nous interprétons ainsi :

1°) A température ambiante, le glissement des dislocations est activé thermiquement (le volume d'activation est mesurable et vaut environ 60 bc^2). La contrainte de propagation des dislocations (égale et opposée à la friction due soit au réseau, soit aux impuretés) est sensiblement égale à la contrainte nécessaire pour nucléer et activer une source de Frank Read. Dans chaque plan de glissement où une telle source est activée, on a multiplication et propagation sans durcissement car les sources sont éloignées. La déformation est concentrée dans ces plans, elle est hétérogène.

2°) A haute température, la propagation est plus facile que la nucléation. Lorsqu'une source est formée, elle nucléée aisément un grand nombre de dislocations glissant facilement. Il se forme une bande de glissement (déformation hétérogène de l'échantillon) et la contrainte d'écoulement chute. Lorsque cette source se tarit, il faut en créer une autre, ce qui nécessite une augmentation de la contrainte appliquée : il y a donc des oscillations de contrainte ou instabilités dont l'amplitude dépend à la fois du nombre de dislocations émises par la source avant qu'elle ne tarisse et de la mobilité de ces dislocations. Ces deux paramètres dépendent de la température.

Il reste à chercher comment de telles sources peuvent être créées et détruites au cours de la déformation.

IV.6.1. Nucléation de sources.

Puisqu'il n'existe qu'un seul vecteur de Burgers, il ne peut pas y avoir de noeud de dislocation formé par la jonction d'une dislocation mobile avec les arbres d'une forêt sessile. Les impuretés ne peuvent pas non plus servir de point d'ancrage

permettant l'initiation d'une source (les impuretés seraient franchies par le mécanisme d'Orowan en laissant une boucle autour de l'impureté). Le seul ancrage possible est donc dû à l'existence de parties sessiles le long de la dislocation telles que des crans qui pourraient se former lors de glissement dévié par exemple. Ceci peut avoir lieu au voisinage de précipités (Fig. 44) ; Cette hypothèse va dans le sens des observations en microscopie optique qui montrent clairement que le glissement s'effectue préférentiellement dans les zones de plus grande concentration d'impuretés.

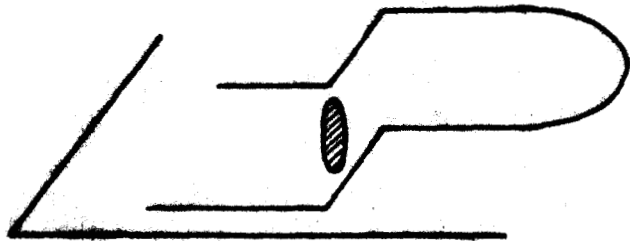


Fig. 44 : Phénomène de glissement dévié dans le champ d'une impureté.

IV.6.2. Destruction des sources.

Dans le modèle ci-dessus, les instabilités observées sur les courbes contrainte - déformation s'interprètent en supposant que les sources se détruisent ou se tarissent. Une telle destruction se produit si le segment générateur de dislocations de la source de Frank-Read se désancre. La force d'ancrage étant une fonction croissante de la hauteur des crans créés lors du cross-slip, il peut y avoir désancrage lorsqu'une dislocation mobile intersecte ces crans (Fig. 45)

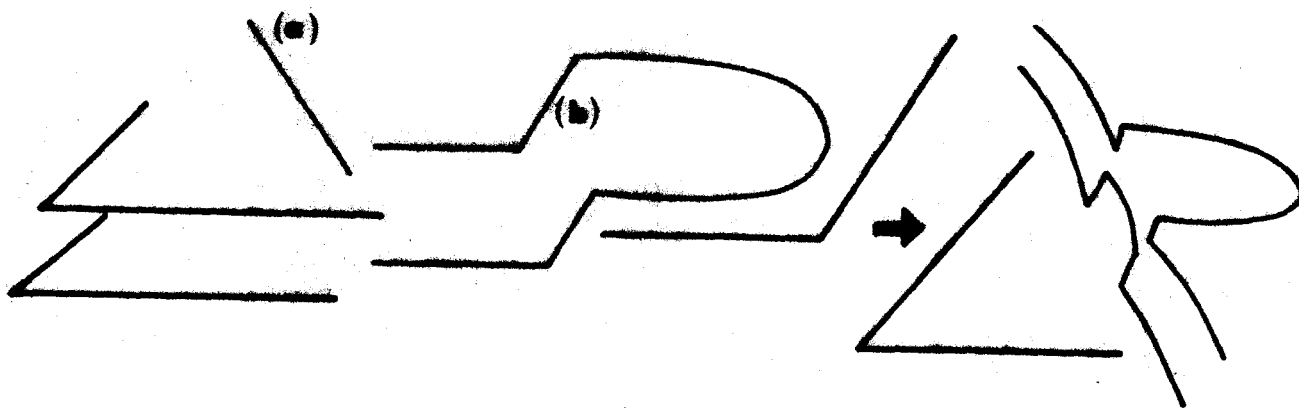


Fig. 45 : Une dislocation glissile (a) intersecte les brins sessiles (b) et crée un désancrage.

Il se forme deux dislocations crantées, chacune s'étend dans deux plans de glissement mais les crans ont une hauteur plus faible. Deux cas peuvent alors se présenter :

1°) La dislocation glissile a coupé les crans près de l'une de leurs extrémités. La hauteur des crans a peu diminué, la dislocation glissile possède maintenant deux petits crans qui la ralentissent mais elle reste glissile et s'échappe du cristal tandis que la source continue à fonctionner.

2°) La dislocation glissile coupe les crans vers leur milieu. Si ces crans étaient de faible hauteur, les deux dislocations glissent avec leurs petits crans ; la source disparaît.

Dans le deuxième cas, il faudra attendre qu'une nouvelle source soit produite par cross-slip pour que la déformation plastique puisse redé-

marrer. Cette nouvelle source pourra être créée dans une région très différente ou dans la même région. Il semble en fait que l'hétérogénéité de la déformation soit due à l'existence de quelques sites de cross-slip préférentiels situés dans certaines régions du cristal (précipités ?) et non à des mécanismes de cross-slip de dislocations fraîches créées homogènement à la surface du cristal par abrasion mécanique des faces de l'éprouvette.

IV.6.3. Sous-structure de dislocation.

Le fait que, d'une part les dislocations glissent très facilement (et traversent le cristal) et que d'autre part, la déformation est localisée dans des régions fines du cristal explique l'absence de sous-structure de déformation aux températures étudiées. Il n'y a pas de polygonisation car la densité de dislocations (confondue ici avec la densité de dislocations mobiles) reste toujours très faible et car les divers plans de glissement dans lesquels ont fonctionné les sources sont très éloignés.

On est donc en présence d'un cristal dans lequel la déformation ne produit jamais semble-t-il d'écrouissage, et dans lequel, même à haute température, les phénomènes de montée ne sont pas nécessaires pour que la déformation puisse se poursuivre. On ne pourrait donc pas tirer d'informations sur les déformations géologiques par examen au microscope électronique de la morphologie des dislocations restant dans le cristal. Même dans les expériences de BOWLAND et all {21}, où l'orientation des éprouvettes est très défavorable, la densité de dislocations observée après déformation¹² reste très modérée (ordre de 10^8 cm^{-2}). Ces remarques expliqueraient alors les observations "décevantes" faites sur les cristaux de disthène paléodéformés provenant des montagnes rocheuses ou des Alpes. Il n'est donc pas nécessaire de postuler que ces cristaux de disthène sont néoformés, c'est à dire sont formés après que la déformation ait eu lieu. Ces cristaux accommoderaient la déformation géologique imposée, à la fois par glissement de dislocations pour les grains convenablement orientés et par clivage ou par fracture ductile (avec relaxation de contrainte partielle par émission locale de dislocations).

CONCLUSION

Cette étude nous a permis d'aborder la caractérisation des sous-structures de dislocations des alumino-silicates de formule $Al_2O_3 - SiO_2$ en utilisant essentiellement la technique de microscopie électronique par transmission. Ce travail a été réalisé dans le but de déterminer les mécanismes de déformations naturelles qu'ont pu subir de tels minéraux et d'en voir l'influence sur d'éventuels changements de phase.

Dans une première partie, nous avons cherché à préciser d'un point de vue théorique, quels sont les défauts possibles dans ces structures.

- Nous avons montré que l'on peut décrire ces trois polymorphes comme étant construits autour de chaînes d'octaèdres AlO_6 , parallèles à l'axe \bar{c} , formant le squelette de ces trois structures, ces chaînes étant reliées les unes aux autres par d'autres polyèdres.

- Nous avons envisagé les différents systèmes de glissement susceptibles d'apparaître dans des polymorphes. Le vecteur de Burgers des dislocations, observé dans les trois polymorphes est le vecteur \bar{c} , plus petite période du réseau dans ces structures. Nos observations dans la sillimanite conduisent toutefois à l'évidence d'autres vecteurs de Burgers qui n'ont pas été entièrement déterminés. La valeur du paramètre \bar{c} (5,54 Å, grand par rapport à d'autres structures) conduit à une dissociation $c/2 + c/2$ effectivement observée. Les plans de glissement doivent éviter de couper les chaînes d'octaèdres formant le squelette des mailles et si possible les liaisons Si-O, réputées comme étant fortes dans les silicates.

Les observations confirment les modèles théoriques.

- Dans le disthène, on observe une densité de dis-

locations faible, de vecteur de Burgers \bar{c} , dissociées en deux partielles colinéaires, glissant dans (100). Nous n'avons pas observé d'autres traces de déformation (sous-joints - macles).

- Dans la sillimanite, nous avons trouvé plusieurs systèmes de glissement, dont seul le système (100)[001] a été caractérisé. Nous avons observé une sous-structure de polygonisation typique d'un fluage haute température, avec des sous-joints bien formés.

Dans l'andalousité, nos observations montrent qu'on trouve aussi le système (100)[001] et des fautes parallèles à l'axe \bar{c} .

- Enfin dans le cas du disthène, nous avons entrepris la déformation de mono-cristaux en compression uniaxiale. On a constaté que la densité restait toujours très faible et qu'aucune sous-structure de polygonisation n'apparaissait entre la température ambiante et 600°C. Nous avons essayé d'interpréter ces résultats très particuliers.

Cette étude montre qu'il est très difficile de préciser l'histoire thermomécanique des roches, à cause de la complexité des déformation géologiques. De plus, les déformations expérimentales se font dans des conditions très éloignées des conditions de déformations naturelles.

Des travaux ultérieurs devraient permettre une plus large caractérisation de défauts et de mieux comprendre leur rôle sur les changements de phase.

B I B L I O G R A P H I E

- {1} P. PASCAL nouveau traité de chimie minérale (Tome VIII)
Masson, Paris 1965, p.6-7.

- {2} KUMAGAI and ITO, PT Diagrams of the trimorphic minerals
with a special reference to andalousite and kyanite,
Mem. coll. Sci, Kyoto - Vol. 26, 215.

- {3} E. ALTHAUS, Experimental evidence that the reaction of
kyanite to form sillimanite is at least bivariant. American
Journal of Science Vol. 267, 273-277 (1969).

- {4} R.C. NEWTON, Kyanite - Sillimanite equilibrium at 75°C
Science, Vol. 151, 1222-1225 (1966).

- {5} S.W. RICHARDSON - BELL - GILBERT, Kyanite - Sillimanite
equilibrium between 700° and 1 500°C. Am. J. Science, Vol.
266, 513-541 (1968).

- {6} S.W. RICHARDSON - M.C. GILBERT - P.M. BELL, Experimental
determination of kyanite andalousit and andalousit-sillimanite
equilibrium.
Am. J. Science, Vol. 267, 259-272 (1969).

- {7} CLARK - ROBERTSON - BIRCH, Experimental determination of
kyanite - sillimanite equilibrium relations at high temperatures.
Am. J. Science, Vol. 255, 628-640 (1957).

- {8} W.S. PITCHER, The Aluminium Silicate polymorphes Olivier and
Boyd, 327-339, London (1965).

- {9} A. MIYASHIRO, Metamorphism and Metamorphic Belts.
George Allen & Unwin, 39-42, London (1973).

- {10} R.M. VERNON, *Metamorphic processes*
George Allen & Unwin, 17-25, London (1976).
- {11} A. PASK and R.F. DAVIS, *High temperature oxides-glass-ceramics and refractory glasses.*
Academic - Press - Alpers - 37-76, London (1971).
- {12} E. AN ZEN, *The stability relations of the polymorphs of aluminium silicate : A survey and some comments.*
Am. J. Science Vol. 267, 297-309 (1969).
- {13} S. DUROVIC, *Modèle statistique cristallographique de la mullite. Tome VII p.339 - (1962). Kristallografya.*
- {14} ST NARAY - SZABO, W.H. TAYLOR, W.W. JACKSON,
Z. Krist, 71, 117 (1929).
- {15} C.W. BURNHAM, *Refinement of the crystal structure of kyanite*
Z. Krist 118, 337-360 (1963).
- {16} W.H. TAYLOR
Z. Krist 68-503 (1928).
- {17} C.W. BURNHAM
Z. Krist 18, 127 (1963).
- {18} W.L. BRAGG, J. WEST, *The structure of certain silicates.*
Proc. Roy. Soc. London A 114, 450-473 (1927).
- {19} D. MENARD, J.C. DOUKHAN, J. PAQUET, *Dissociation of dislocation in kyanite*
Mater. Resear. Bull 12, 631 (1977).
- {20} RAYLEIGH, *Glide mechanisms in experimentally deformed minerals.*
Sciences Vol. 150, 739-741 (1965).
- {21} D.N. BOWLAND, B.E. HOBBS, A.C. Mc LAREN, *The defect structures in natural and experimentally deformed kyanite.*
Phys. Stat. Sol. A-39 p. 631-641 (1977).

- {22} DEER - HOWIE - ZUSSMAN, An introduction to the rock-forming minerals.
Longman 34-44, London (1970).
- {23} M.V. KLASSEN - NEKLYUDOVA, Mechanical twinning of crystals
Consultant Bureau, New-York, p.87, (1964).
- {24} A. KELLY and G.W. GROVES, Cristallography and crystal defects
Longman,, 290-311, London (1970).
- {25} HIRSCH, HOWIE, NICHOLSON, PASHLEY, WHELAN,
Electron microscopy of thin crystals
Butterworths, 247-262, London (1965).
- {26} D. MENARD, J.C. DOUKHAN, Défauts de réseau dans la sillimanite.
Journal de physique, lettres, Tome 39, L 19 (1978).
- {27} R. DUCLOS, Etude mécanique et structurale de fluage
d'échantillons monocristallins.
Thèse de 3ème cycle. Lille (1974).
- {28} J.H. COCKAYNE, L.F. RAY, M. V. WHELAN, Investigation of
dislocation strain fields usiny weak-beam.
Philosophical Magazine, Vol. 20, n° 168, 1265 (1969).
- {29} J.H. COCKAYNE, The principles and practise of the weak-beam
method of electron microscopy.
Journal of Microscopy Vol. 98, 116-134 (1973).
- {30} J.H. COCKAYNE, M.L. JENKINS, L.F. RAY, The measurement of
stacking-fault Energies of Pure Face-centred cubic metals.
Philosophical Magazine, Vol. 24, n° 192, 1383 (1971).
- {31} R. RIDDER, S. AMELINCKX, Approximate theoretical treatment
of weak-beam dislocations images.
Phys. stat. sol (b) 43, 541 (1971).
- {32} A. HOWIE, CH. SWORN, Column Approximation effects in high
resolution microscopy using Weak Diffracted Beams
Philosophical Magazine, Vol. 22, n° 178, 861 (1970).

A N N E X E S

ANNEXE 1. : Formules et tableaux des angles et distances entre plans cristallographiques, tableaux des facteurs de structures mesurés par Burnham et projections stéréographiques standard.

ANNEXE 2. : Théorie du faisceau faible en microscopie électronique.

ANNEXE 3. : Thermodynamique du glissement activé.

ANNEXE 1.

ANGLES, DISTANCES ENTRE PLANS ET PROJECTION STEREOGRAPHIQUES

L'objet de cette étude étant l'observation en microscopie électronique par transmission des sous-structures de dislocations et des défauts de réseau dans le disthène et la sillimanite principalement, il nous faut connaître les réseaux réciproques de ces deux structures pour construire des coupes simples de ces réseaux réciproques ainsi que les projections stéréographiques, qui nous aideront à interpréter les clichés de diffractions électroniques.

ANGLES ET DISTANCES ENTRE PLANS CRISTALLOGRAPHIQUES DANS LE DISTHENE

L'angle entre les plans (h_1, k_1, l_1) et (h_2, k_2, l_2) est donné par la formule :

$$\cos \phi = \frac{F}{A_{h_1 k_1 l_1} A_{h_2 k_2 l_2}}$$

$$\begin{aligned} \text{avec } F = & h_1 h_2 b^2 c^2 \sin \alpha + k_1 k_2 a^2 c^2 \sin^2 \beta + l_1 l_2 a^2 b^2 \sin^2 \gamma \\ & + abc^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) (k_1 h_2 + h_1 k_2) \\ & + ab^2 c (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) (h_1 l_2 + l_1 h_2) \\ & + a^2 bc (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) (k_1 l_1 + l_1 k_2) \end{aligned}$$

$$\text{et } A_{hkl} = \sqrt{\begin{bmatrix} h^2 b^2 c^2 \sin^2 \alpha + k^2 a^2 c^2 \sin^2 \beta + l^2 a^2 b^2 \sin^2 \gamma \\ + 2 h k a b c^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) \\ + 2 h l a b^2 c (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) \\ + 2 k l a^2 b c (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) \end{bmatrix}}$$

Les distances inter-réticulaires sont données par :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2} \{s_{11} h^2 + s_{22} k^2 + s_{33} l^2 + 2 s_{12} hk + 2 s_{23} kl + 2 s_{31} lh\}$$

$$\text{où } V^2 = a^2 b^2 c^2 (1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma)$$

$$\text{et } s_{11} = b^2 c^2 \sin^2 \alpha$$

$$s_{22} = a^2 c^2 \sin^2 \beta$$

$$s_{33} = a^2 b^2 \sin^2 \gamma$$

$$s_{12} = abc^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma)$$

$$s_{23} = a^2 bc (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha)$$

$$s_{31} = ab^2 c (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta)$$

Nous avons fait un programme pour le calcul de d (Å) et des angles entre les principaux plans, dont les résultats pour les plans les plus simples sont donnés dans le tableau n° 1. Nous avons classé les plans par valeur de $\frac{1}{d}$ croissant. On peut remarquer d'après ce tableau que beaucoup de plans sont très proches les uns des autres d'où une grande difficulté pour choisir parfois.

Dans le cas du disthène, nous avons réalisé des études en R X, pour orienter les échantillons par la méthode de Laue, et en topographie de Berg-Barrett pour étudier la sous-structure. Ces études nécessitent la connaissance du facteur de structure dont l'expression est :

$$F_{hkl} = \sum_j f_j(\theta) \exp(2i\pi hx_j + ky_j + lz_j)$$

la somme étant étendue aux 32 atomes (x_j, y_j, z_j) de la maille. Nous n'avons pas calculé le facteur de structure car la détermination des facteurs de diffusion atomique $f(\theta)$, compte tenu du caractère intermédiaire des liaisons Si - O et Al - O est délicate. Nous avons utilisé les valeurs mesurées par W. Burnham [15] dont les valeurs sont reportées dans le tableau n° 2.

ANGLES ET DISTANCE ENTRE PLANS CRISTALLOGRAPHIQUES DANS LA SILLIMANITE

L'angle entre les plans $(h_1 k_1 l_1)$ et $(h_2 k_2 l_2)$ est donné par :

$$\cos \phi = \frac{\frac{1}{a^2} h_1 h_2 + \frac{1}{b^2} k_1 k_2 + \frac{1}{c^2} l_1 l_2}{\sqrt{\left[\left(\frac{1}{a^2} h_1^2 + \frac{1}{b^2} k_1^2 + \frac{1}{c^2} l_1^2\right) \left(\frac{1}{a^2} h_2^2 + \frac{1}{b^2} k_2^2 + \frac{1}{c^2} l_2^2\right)\right]}}$$

Les distances inter-réticulaires sont données par la formule :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2} (h^2) + \frac{1}{b^2} (k^2) + \frac{1}{c^2} (l^2)$$

Dans le tableau n° 3, nous donnons quelques valeurs de d et de ϕ pour la sillimanite.

D I S T H E N E

TABLEAU N° 1

Triclinique $a = 7,10 \text{ \AA} ; b = 7,74 \text{ \AA} ; c = 5,57 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ 05' ; \beta = 101^\circ 02' ; \gamma = 105^\circ 44'$

(hkl)	d(Å)	1/d	x avec (100)	x avec (001)	x avec (110)	x avec (111)
(010)	7,43	0,134	73,97	86,78	39,24	123,00
(100)	6,69	0,149	0	78,53	34,72	49,03
(110)	5,84	0,171	49,03	82,56	83,76	0
(001)	5,45	0,183	78,53	0	80,55	82,56
(101)	4,71	0,212	57,84	136,37	64,09	69,52
(011)	4,52	0,221	89,81	142,61	70	116,00
(110)	4,40	0,227	34,72	80,55	0	83,76
(011)	4,28	0,233	71,62	35,13	54,88	102,25
(111)	4,27	0,234	71,10	133,50	92,80	50,94
(101)	3,87	0,258	44,03	34,50	53,74	61,91
(111)	3,75	0,266	56,09	39,56	79,47	42,90
(111)	3,74	0,267	55,84	123,12	42,56	89,79
(020)	3,72	0,269	73,97	86,78	39,24	123,00
(120)	3,72	0,269	106,19	93,11	71,47	155,23
(210)	3,42	0,292	153,70	100,23	118,97	157,26
(200)	3,34	0,299	0	78,53	34,72	49,03
(11)	3,18	0,314	44,80	45,43	35,12	81,14
(11)	3,16	0,316	44,52	114,59	69,36	39,00
(21)	3,15	0,317	83,14	122,06	55,77	122,59
(21)	3,15	0,317	83,00	122,10	111,36	45,92
(01)	3,14	0,318	145,59	67,06	132,66	122,78
(21)	2,99	0,334	70,48	53,63	99,56	36,54
(21)	2,99	0,334	70,63	53,55	44,44	111,58



(hkl)	d (Å)	1/d	κ avec (100)	κ avec (001)	κ avec (110)	κ avec $\bar{1}\bar{1}\bar{0}$
(120)	2,92	0,342	49,14	82,47	14,41	98,17
($\bar{2}\bar{2}0$)	2,92	0,342	49,03	82,56	83,76	0
(210)	2,78	0,360	21,05	79,28	13,67	70,08
($12\bar{1}$)	2,73	0,366	59,24	112,23	34,69	101,39
(002)	2,73	0,366	78,53	0,00	80,55	82,56
($2\bar{2}\bar{1}$)	2,72	0,367	59,16	112,26	88,89	29,69
10 $\bar{2}$	2,72	0,367	---	---	---	---
($2\bar{1}\bar{1}$)	2,69	0,371	36,58	50,68	62,48	37,90
($21\bar{1}$)	2,68	0,372	36,45	108,21	30,84	74,59
(201)	2,63	0,380	28,18	50,34	43,55	54,73
($01\bar{2}$)	2,61	0,383	95,34	159,49	83,40	108,35
($1\bar{1}\bar{2}$)	2,60	0,384	84,11	153,76	96,20	71,19
($1\bar{3}0$)	2,56	0,389	84,40	88,95	119,13	35,37
($0\bar{1}\bar{2}$)	2,51	0,397	106,06	160,25	114,41	86,27
($11\bar{2}$)	2,51	0,397	73,41	145,79	65,23	97,27
0 $\bar{3}0$	2,48	0,403	106,02	93,21	140,75	56,99
(121)	2,44	0,408	50,45	56,06	27,85	93,49
$\bar{2}2\bar{1}$	2,44	0,408	129,66	123,83	99,47	153,59
102	2,36	0,422	58,25	20,27	64,34	69,87
$\bar{1}1\bar{2}$	2,35	0,424	115,87	156,41	100,69	121,02
$\bar{2}02$	2,35	0,424	122,15	43,63	115,90	110,47
$\bar{2}12$	2,34	0,426	116,29	42,37	100,99	121,35
$\bar{1}31$	2,34	0,426	90,20	65,66	59,07	133,43
$\bar{2}30$	2,32	0,430	115,78	94,89	81,05	164,81
3 $\bar{1}0$	2,32	0,431	17,46	79,09	52,18	31,57
211	2,31	0,433	30,74	54,71	28,75	70,25
$1\bar{3}1$	2,30	0,433	80,12	63,95	111,60	38,05
03 $\bar{1}$	2,30	0,433	80,04	111,74	49,37	124,15
3 $\bar{1}\bar{1}$	2,30	0,435	30,59	103,52	57,45	37,90



(hkl)	$d(\text{Å})$	$1/d$	avec (100)	x avec (001)	x avec (110)	x avec (110)	x avec (110)
02 $\bar{2}$	2,26	0,442	89,81	142,61	70,42		116,00
1 $\bar{2}\bar{2}$	2,259	0,443	89,71	112,62	109,20		63,58
300	2,23	0,448	0,048	78,53	34,72		49,03
30 $\bar{1}$	2,22	0,449	23,57	102,10	41,14		53,04
031	2,21	0,452	70,92	62,93	40,78		115,68
2 $\bar{3}\bar{1}$	2,20	0,453	70,56	108,85	102,35		30,10
220	2,20	0,454	34,72	99,44	0		83,76
3 $\bar{2}$ 0	2,20	0,454	34,66	80,63	69,39		14,36
22 $\bar{1}$	2,17	0,460	43,07	103,66	23,10		86,81
3 $\bar{2}\bar{1}$	2,16	0,461	43,03	103,69	73,65		25,50
112	2,16	0,461	55,82	29,00	51,55		81,01
21 $\bar{2}$	2,15	0,463	55,42	130,27	51,34		80,67
1 $\bar{2}\bar{2}$	2,14	0,466	71,50	35,19	93,12		51,26
022	2,14	0,466	71,62	35,13	54,88		102,25
130	2,14	0,467	56,08	83,57	21,35		105,11
12 $\bar{2}$	2,14	0,467	71,37	133,51	54,56		101,85
2 $\bar{2}\bar{2}$	2,13	0,468	71,10	133,50	92,80		50,24
2 $\bar{3}$ 1	2,07	0,482	62,35	62,94	94,38		24,34
13 $\bar{1}$	2,07	0,482	62,29	105,75	32,80		107,56
3 $\bar{1}$ 1	2,00	0,499	26,30	57,95	53,88		38,46
31 $\bar{1}$	2,00	0,500	26,23	99,97	27,85		66,83
310	1,99	0,502	14,91	78,90	19,80		63,95
2 $\bar{1}\bar{2}$	1,97	0,507	48,77	34,46	66,60		51,40
3 $\bar{1}\bar{2}$	1,96	0,510	48,48	123,97	66,42		51,20
3 $\bar{3}$ 0	1,94	0,513	49,03	82,56	83,76		0,086
221	1,93	0,516	37,57	60,07	20,48		81,87
301	1,93	0,516	20,34	58,19	39,56		52,09
202	1,93	0,517	44,03	34,50	53,74		61,91



TABLEAU N° 2

CHARLES W. BURNHAM

Table 5 (Continued)

h k l	F _{obs}	F _{cal}	h k l	F _{obs}	F _{cal}	h k l	F _{obs}	F _{cal}	h k l	F _{obs}	F _{cal}	h k l	F _{obs}	F _{cal}
1 1 2	38.7	36.0	7 7 2	11.5	-12.9	0 4 3	8.0	-6.0	5 1 3	2.4*	2.2			
3 1 2	47.3	-49.4	8 7 2	32.4	31.5	1 4 3	2.7*	1.4	4 1 3	35.1	34.9			
4 1 2	24.7	24.5	5 7 2	12.7	-11.5	2 4 3	16.2	-15.6	3 1 3	59.7	55.3			
5 1 2	36.9	36.6	4 7 2	41.1	-40.7	3 4 3	23.1	21.2	2 1 3	19.5	18.4			
6 1 2	12.7	-14.3	3 7 2	25.1	25.4	4 4 3	9.0	10.7	1 1 3	2.7	-1.1			
7 1 2	4.5	4.0	2 7 2	10.5	10.2	5 4 3	10.6	-9.0	0 1 3	21.1	-20.3			
8 2 2	2.2*	-2.6	1 7 2	37.4	-37.3	6 4 3	10.7	-7.3	1 1 3	37.0	-50.7			
7 2 2	2.6*	1.1	0 7 2	20.1	19.6	7 4 3	32.9	33.6	2 1 3	32.0	-31.9			
8 2 2	4.7	-5.4	1 7 2	37.6	37.7	7 5 3	7.6	-8.5	3 1 3	2.4*	-3.2			
5 2 2	27.8	-28.4	2 7 2	22.3	-21.3	4 5 3	26.6	-25.8	4 1 3	2.5*	-0.9			
3 2 2	7.0	-5.8	3 8 2	2.9*	3.8	5 5 3	6.8	-6.4	5 1 3	18.6	18.6			
4 2 2	14.8	13.5	4 8 2	33.6	32.9	6 5 3	23.8	-22.6	6 1 3	27.9	28.2			
5 2 2	32.5	-30.7	5 8 2	12.6	12.0	7 5 3	36.6	-37.6	7 2 3	26.0	27.0			
6 2 2	13.2	13.1	6 8 2	2.7*	1.1	0 5 3	4.0	0.1	7 2 3	10.3	10.2			
7 2 2	6.1	-5.2	7 8 2	2.5*	0.7	1 5 3	38.4	39.1	8 2 3	31.2	-31.0			
8 2 2	29.3	-29.3	8 8 2	8.9	-8.0	2 5 3	24.2	23.8	5 2 3	15.9	14.9			
4 2 2	2.8*	2.2	0 8 2	31.2	-30.7	3 5 3	8.9	7.6	4 2 3	29.0	28.7			
5 2 2	2.7*	2.3	1 8 2	5.5	-5.9	4 5 3	24.2	23.9	3 2 3	18.8	-19.0			
6 2 2	4.4	-7.1	2 8 2	23.7	29.0	5 5 3	8.4	7.3	2 2 3	21.7	-20.8			
7 2 2	2.5*	-3.8	3 8 2	19.4	-19.6	6 5 3	32.0	-33.3	1 2 3	29.1	28.3			
8 2 2	14.0	-12.1	4 8 2	38.2	-40.4	7 5 3	5.9	1.8	0 2 3	6.4	-7.8			
3 3 2	10.2	10.9	5 8 2	5.9	2.0	8 5 3	16.8	15.1	1 2 3	37.8	-38.4			
4 3 2	3.1*	1.3	6 8 2	6.3	9.2	9 5 3	22.0	-21.7	2 2 3	2.3*	2.7			
5 3 2	11.2	3.9	7 8 2	7.1	8.1	0 6 3	2.4*	2.2	3 2 3	29.5	29.8			
6 3 2	2.4*	1.1	8 8 2	27.6	26.1	1 6 3	21.2	21.8	4 2 3	15.2	-15.6			
7 3 2	9.2	-11.8	0 8 3	11.0	-11.1	2 6 3	2.5*	-12.5	5 2 3	2.4*	1.1			
8 3 2	5.5	-3.9	1 8 3	2.1*	-3.5	3 6 3	24.0	-24.1	6 2 3	4.8	4.2			
4 3 2	9.6	-9.5	2 8 3	2.9*	-7.4	4 6 3	40.8	40.5	7 2 3	19.0	-18.2			
5 3 2	6.3	5.1	3 8 3	2.2*	1.5	5 6 3	5.0	0.2	8 2 3	24.3	-24.2			
6 3 2	17.2	18.1	4 8 3	10.2	10.5	6 6 3	16.0	-16.5	5 3 3	15.5	14.9			
7 3 2	8.7	5.0	5 8 3	18.9	18.2	7 6 3	14.1	13.3	4 3 3	5.9	4.2			
8 3 2	13.0	-11.9	6 8 3	7.0	2.3	8 6 3	15.1	10.8	3 3 3	21.9	-21.9			
4 4 2	40.2	40.7	7 8 3	4.7	-1.0	9 6 3	27.6	-27.0	2 3 3	27.5	28.0			
5 4 2	2.8*	-1.4	8 8 3	7.4	-6.7	0 7 3	2.5*	-3.4	1 3 3	27.7	28.5			
6 4 2	333.9	-134.4	9 8 3	18.5	-16.6	1 7 3	21.1	21.8	0 3 3	22.7	-23.2			
7 4 2	130.0	132.3	0 7 3	10.9	-10.3	2 7 3	7.8*	-5.1	1 3 3	2.4*	2.5			
8 4 2	2.8*	-1.4	1 7 3	7.2	-5.0	3 7 3	15.7	15.4	2 3 3	19.6	19.6			
3 4 2	41.9	-42.2	2 7 3	19.6	-19.5	4 7 3	34.0	33.5	3 3 3	22.0	-22.5			
4 4 2	34.7	15.3	3 7 3	4.7	-2.5	5 7 3	9.5	-6.9	4 3 3	17.8	-17.6			
5 4 2	6.3	2.9	4 7 3	24.5	23.6	6 7 3	30.8	-30.6	5 3 3	8.7	8.8			
6 4 2	8.7	7.9	5 7 3	21.8	-21.3	7 7 3	8.8	-9.8	6 3 3	13.0	-12.6			
7 4 2	3.0*	-1.0	6 7 3	4.7	-4.2	8 7 3	7.1	-7.3	7 3 3	8.1	-8.0			
8 4 2	24.4	-21.8	7 7 3	13.6	11.9	9 7 3	30.7	-29.6	8 3 3	6.1	5.8			
3 5 2	11.2	-9.2	8 7 3	11.0	9.7	0 8 3	7.4	-6.3	5 4 3	11.0	-9.6			
4 5 2	4.6	-4.9	9 7 3	30.5	-29.7	1 8 3	37.0	36.7	6 4 3	19.4	18.0			
5 5 2	16.3	-16.7	0 8 3	14.0	13.9	2 8 3	16.7	14.3	7 4 3	16.9	16.9			
6 5 2	14.4	14.8	1 8 3	15.8	10.9	3 8 3	7.8	-7.7	8 4 3	18.3	17.7			
7 5 2	28.4	27.8	2 8 3	5.0	-7.3	4 8 3	9.0	22.6	9 4 3	2.5*	-1.2			
8 5 2	12.8	11.4	3 8 3	22.4	-22.0	5 8 3	9.3	-8.1	0 4 3	10.3	-9.3			
1 5 2	14.1	16.5	4 8 3	32.0	-31.9	6 8 3	10.3	10.0	1 4 3	25.6	-23.7			
2 5 2	6.8	4.8	5 8 3	3.1*	5.4	7 8 3	6.2	-4.7	2 4 3	7.0	-4.3			
3 5 2	23.6	-22.7	6 8 3	2.7*	-0.7	8 8 3	8.4	-5.8	3 4 3	15.6	-17.4			
4 5 2	13.2	-11.8	7 8 3	13.1	-12.5	9 8 3	8.0	8.0	4 4 3	5.0	0.9			
5 5 2	3.4*	-0.9	8 8 3	41.3	41.4	0 9 3	2.7*	-1.7	5 4 3	39.5	46.2			
6 5 2	5.1	2.1	9 8 3	38.2	38.4	1 9 3	11.5	-11.4	6 4 3	8.9	-7.3			
7 5 2	24.7	23.3	0 9 3	12.9	-12.5	2 9 3	1.9	3.3	7 4 3	34.1	-33.7			
8 5 2	9.3	-12.3	1 9 3	5.9	0.5	3 9 3	4.1	-7.3	8 4 3	7.0	-2.3			
3 6 2	2.9*	-1.6	2 9 3	2.6*	4.3	4 9 3	9.3	9.0	9 4 3	22.4	-22.6			
4 6 2	10.3	-10.2	3 9 3	36.3	-35.7	5 9 3	14.7	14.8	0 5 3	49.4	-50.2			
5 6 2	2.9*	0.3	4 9 3	22.1	-22.4	6 9 3	5.8	-0.8	1 5 3	5.7	2.2			
6 6 2	9.0	-7.6	5 9 3	5.2	-5.2	7 9 3	5.5	4.1	2 5 3	51.3	51.3			
7 6 2	2.9*	3.3	6 9 3	12.5	11.5	8 9 3	9.2	8.9	3 5 3	19.8	19.5			
8 6 2	11.6	-12.4	7 9 3	4.6	1.9	9 9 3	13.8	-14.4	4 5 3	2.7*	0.5			
1 6 2	19.6	20.2	8 9 3	26.8	-26.8	0 1 3	33.6	-34.0	5 5 3	27.1	27.4			
2 6 2	2.3*	0.8	9 9 3	3.0*	-1.5	1 1 3	15.7	-16.4	6 5 3	8.7	6.2			
3 6 2	8.4	-6.5	0 1 3	2.5*	1.7	2 1 3	2.5*	1.7	7 5 3	35.8	-40.2			



SILLIMANITE

BLEAU N° 3

Orthorhombique

a = 7,44 Å
b = 7,59 Å

c = 5,75 Å

Pbnm

Z = 4

Clivage (010) parfait

hkl	d(Å)	1/d	α avec (100)	α (001)	α (110)	α (110)
000	7,59	0,132	90°	90°	45,57	134,42
100	7,44	0,134	0	90°	44,42	44,42
010	5,75	0,174	90°	0	90°	90°
110	5,31	0,188	44,42	90°	0	88,85
001	4,58	0,218	90°	37,14	64,99	115,006
101	4,55	0,220	52,30	37,69	64,10	64,10
111	3,90	0,256	58,36	47,26	42,73	89,16
200	3,79	0,264	90°	90°	45,57	134,42
002	3,72	0,269	0	90°	44,42	44,42
210	3,38	0,296	62,97	90°	18,54	107,40
110	3,34	0,299	26,11	90°	18,31	70,53
211	3,16	0,316	90°	56,57	54,25	125,74
011	3,12	0,320	32,90	57,09	53,16	53,16
211	2,91	0,343	66,94	59,54	35,18	104,94
111	2,88	0,346	39,06	59,84	34,82	73,25
020	2,87	0,348	90°	0	90°	90°
020	2,682	0,373	68,87	21,12	75,08	75,08
120	2,689	0,372	90°	20,74	75,64	104,35
200	2,65	0,376	44,42	90°	0	88,85
300	2,53	0,395	90°	90°	45,57	134,42
120	2,529	0,395	70,13	28,41	61,58	89,45
002	2,48	0,403	0	90°	44,42	44,42
211	2,41	0,415	49,58	65,20	24,79	88,96
300	2,39	0,417	71,21	90°	26,79	115,64
100	2,35	0,424	18,09	90°	26,33	62,52
310	2,31	0,432	90°	66,25	50,15	129,84
220	2,29	0,436	90°	37,14	64,99	115,006
011	2,277	0,439	23,33	66,66	49,02	49,02
020	2,275	0,44	52,30	37,69	64,10	64,10
310	2,21	0,452	72,71	67,38	34,51	113,55
220	2,19	0,457	72,88	40,37	52,10	101,17
111	2,181	0,458	28,41	67,70	33,97	64,72

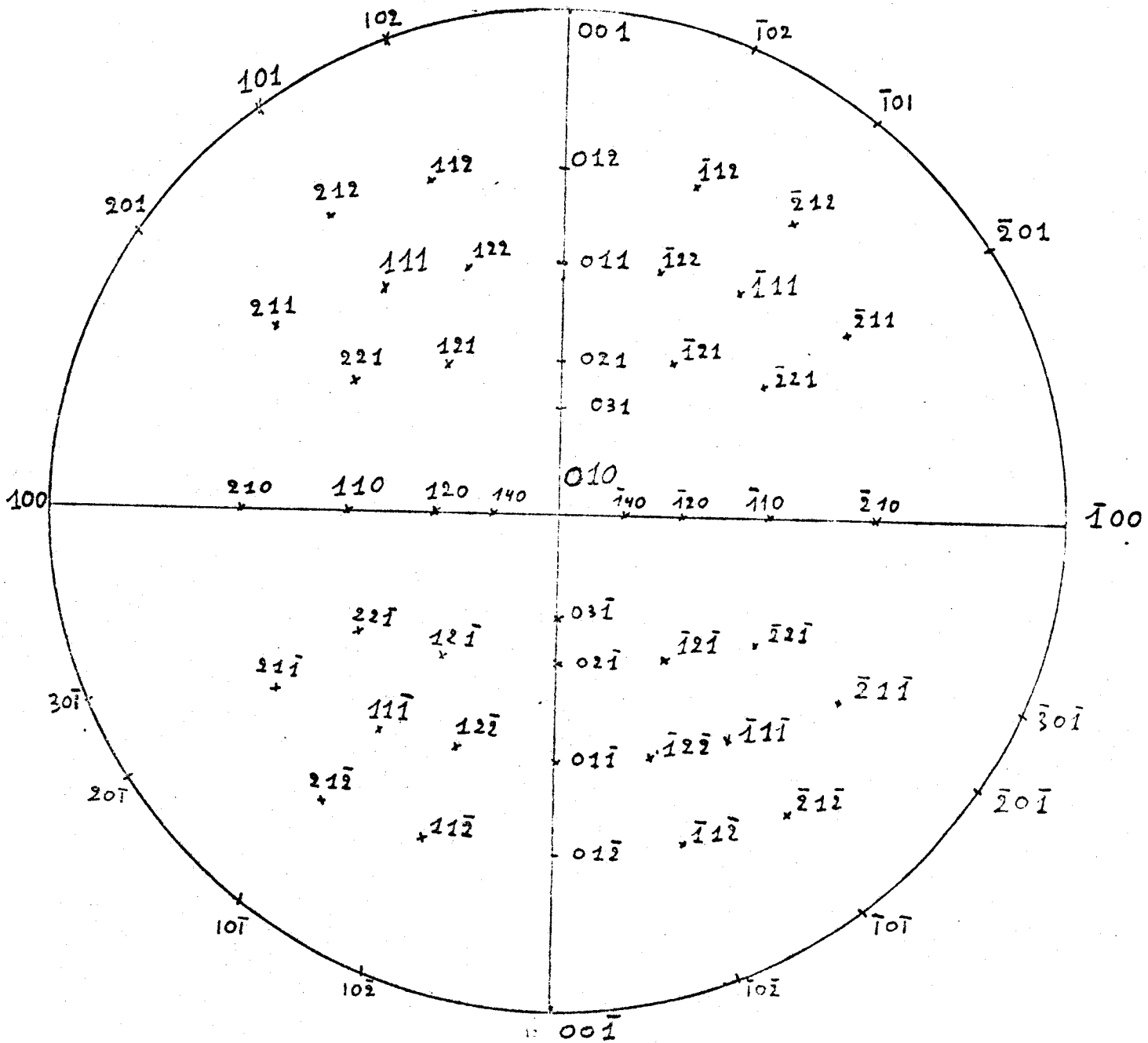


- 80 -
SILLIMANITE
=====

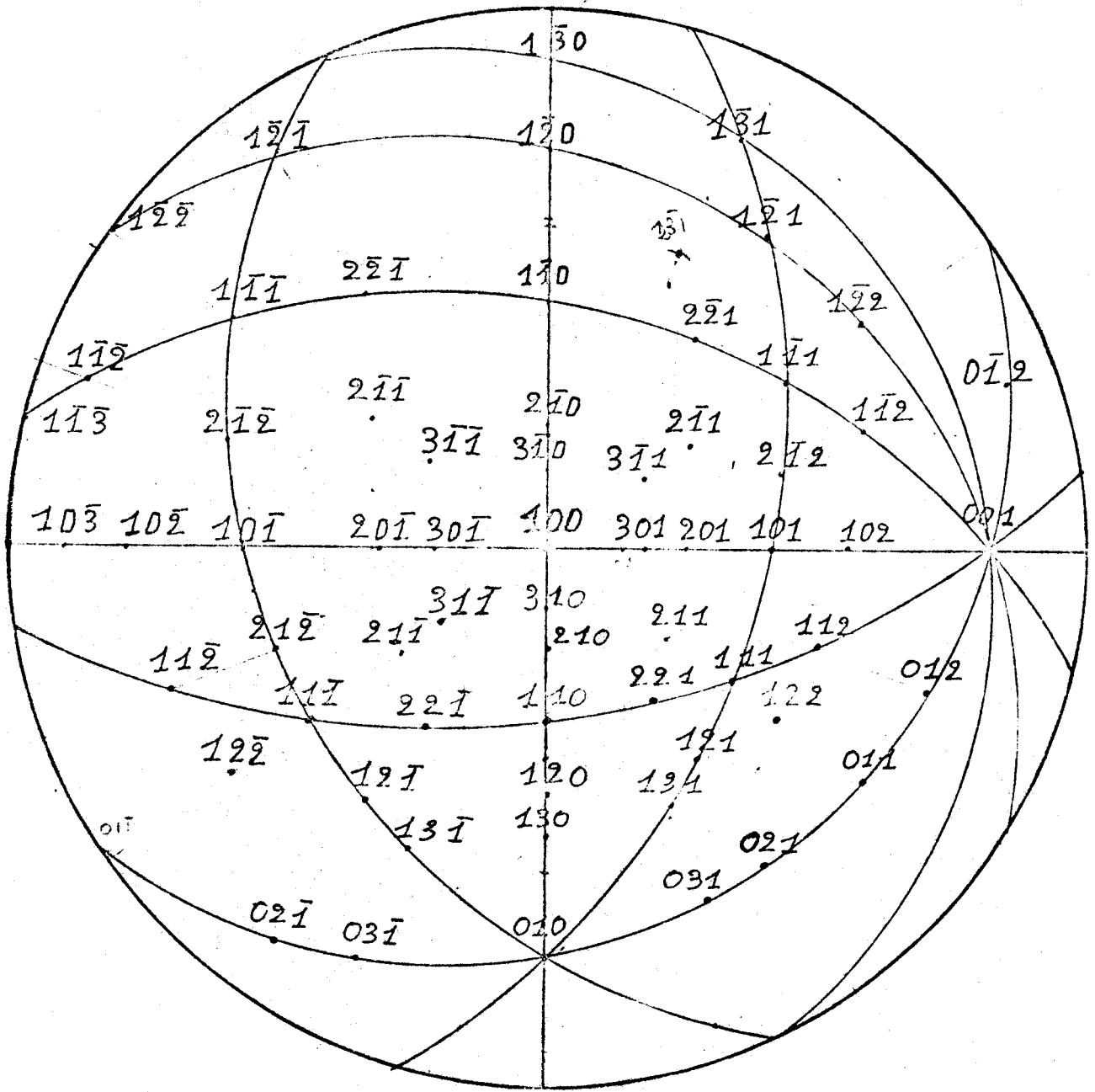
(suite)

d (Å)	1/d	↖ avec (100)	↖ (001)	↖ (110)	↖ (110)
2,179	0,459	54,14	40,71	51,73	77,44
2,09	0,478	55,78	90°	11,35	100,20
2,07	0,482	33,16	90°	11,26	77,59
1,96	0,509	58,09	70°	22,87	99,58
1,953	0,512	38,06	70,14	22,71	78,34
1,951	0,513	58,36	47,26	42,73	89,16
1,917	0,522	90°	0	90°	90°
1,90	0,527	90°	48,65	58,29	121,70
1,898	0,527	90°	90°	45,37	134,42
1,87	0,533	40,78	49,21	57,26	57,26
1,85	0,539	75,55	14,44	79,73	79,73
1,84	0,543	75,67	50,20	46,70	109,42
1,839	0,544	75,69	90°	31,26	120,12
1,82	0,549	42,68	50,65	46,12	69,09
1,80	0,555	75,97	19,83	70,16	89,61
1,77	0,565	44,42	90°	0	88,85
1,75	0,571	76,38	72,26	35,49	118,55
1,70	0,587	62,74	27,25	70,90	70,90
1,69	0,592	62,97	90°	18,54	107,40
1,69	0,591	62,95	53,95	37,55	98,24
1,693	0,591	46,96	72,88	17,11	88,90
1,68	0,594	47,26	54,16	37,33	79,96
1,667	0,60	77,05	29,55	62,12	98,48
1,662	0,602	63,45	29,84	61,80	80,45





Projection stéréographique de la sillimanite sur le plan (010).



Projection stéréographique du disthène sur le plan (100).

ANNEXE 2.

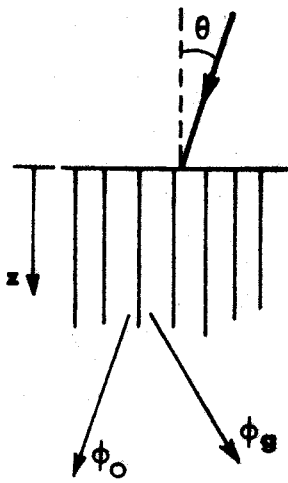
THEORIE DU FAISCEAU FAIBLE (WEAK - BEAM)

Le problème est de déterminer la position exacte de la ligne de dislocation. Une telle détermination est impossible par la méthode habituelle d'observation des dislocations en champ clair avec $S > 0$, à cause de la largeur des images des dislocations partielles qui peuvent se superposer sous faibles dissociations et du fait que les pics d'intensité ne sont pas positionnés sur les lignes de dislocations. L'analyse, basée sur la théorie cinématique du contraste, donne la position des pics avec une bonne précision lorsque S est grand, mais cette analyse montre que l'image se déplace avec la profondeur de la dislocation dans la lame. L'expérience et le calcul montrent que par la méthode du weak-beam, les images de dislocation ont des pics dont la largeur à mi-hauteur est de l'ordre de 10 à 20 Å, et positionnés au voisinage du coeur des dislocations.

COCKAYNE et ses collaborateurs [28] à [32] proposent une méthode, appelée méthode du faisceau faible ou "weak-beam", pour l'étude quantitative des défauts.

Considérons un faisceau d'électron incident sur la surface d'un cristal parfait, il émerge un faisceau transmis et un faisceau diffracté (Fig. 46). L'intensité diffractée $[\phi_g]^2$ est une fonction de l'épaisseur de la lame. (Fig. 46 a) les plans sont en position de Bragg $S = 0$, et l'intensité est une fonction périodique de ξ_g , distance d'extinction.

Fig. 46 c, le réseau est loin de la position de Bragg, $S_g \gg 0$, l'intensité oscille avec une période plus courte et une amplitude plus faible. La Fig. 46 b montre une position intermédiaire.



$\theta_B = \text{angle de Bragg}$

$|\theta_B - \theta| > 0$

$|\theta_B - \theta| \gg 0$

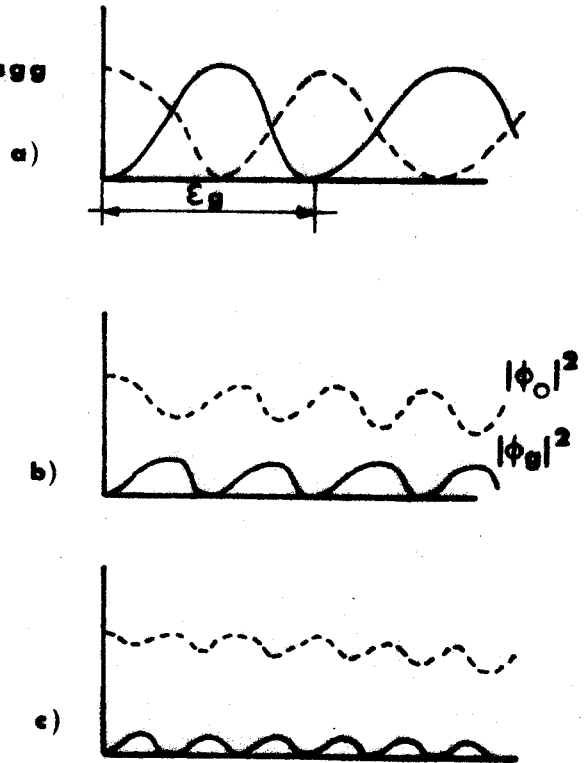


Fig. 46 : Variation de l'intensité transmise et diffractée, en condition de deux ondes, en fonction de l'onde incidente (d'après COCKAYNE).

Considérons maintenant un réseau distordu tel que Fig.47

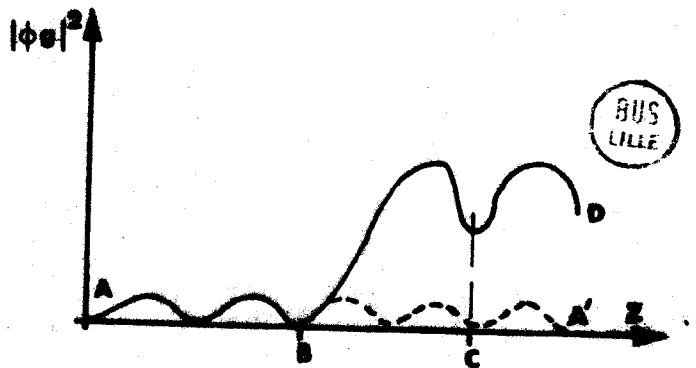
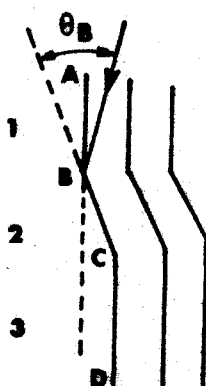


Fig. 47 : Un réseau et l'intensité diffractée par ce réseau. (d'après COCKAYNE)

On peut le décomposer en trois sections, dans la première et la troisième $[S_g] \gg 0$ et dans la seconde $S_g = 0$. Dans la première section AB, le faisceau est loin de la position de Bragg donc l'intensité diffractée suit la courbe de la Fig. 46 c. Dans la seconde section BC, nous sommes en position de Bragg. L'intensité diffractée suit la courbe de la Fig. 46 a, puis en c nous retrouvons la condition $[S_g] \gg 0$.

Si nous considérons maintenant la Fig. 48a, nous pouvons espérer que l'intensité diffractée colonne 2, dans laquelle BC est en position de Bragg, sera plus importante que l'intensité diffractée dans les autres colonnes.

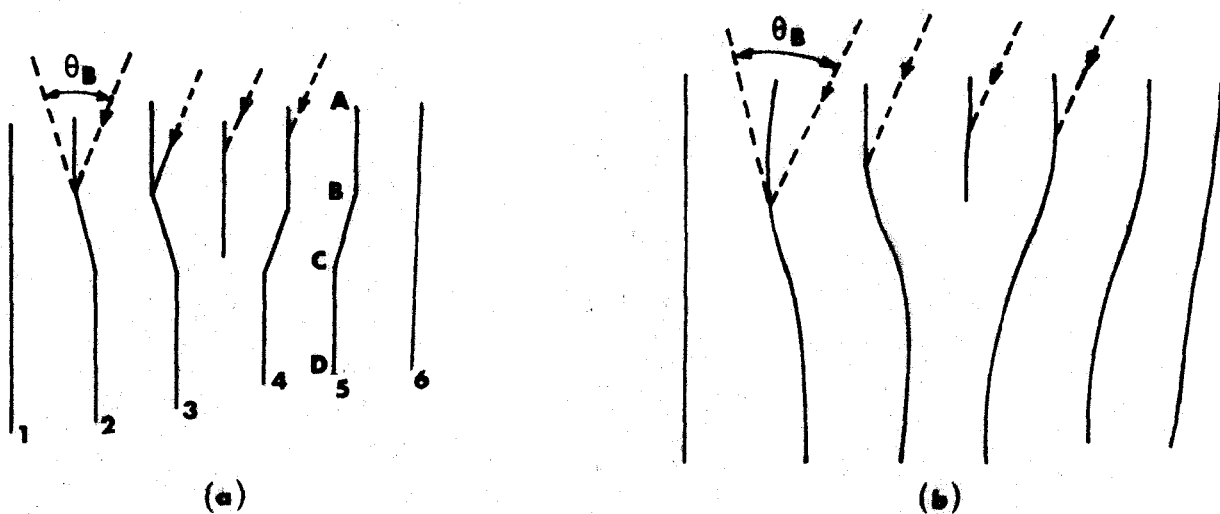


Fig. 48a : un défaut de réseau "idéal". 48b est un champ de déplacement plus réel (d'après COCKAYNE).

Fig. 48b, nous avons remplacé notre modèle de dislocation par un cas plus réel. Pour ce dernier cas, nous pouvons espérer qu'en première approximation, le maximum d'intensité diffractée se réalisera pour la colonne dans laquelle les plans réticulaires seront localement en position de Bragg, pour la réflexion considérée. Cette condition est exprimée dans le calcul cinématique lorsque

$\int e^{2\pi i (S_z + g \cdot R)} d_z$ ne varie plus, toutes les réflexions sont donc en phase pour une contribution maximum d'amplitude ; cette condi-

tion se traduit mathématiquement par :

$$S_z + \frac{d}{dz} g \cdot R(z) = 0 \quad \text{au point d'inflexion donc dans le plan de}$$

glissement.

$R(z)$ est le champ de déplacement induit par le défaut. L'avantage de ce critère sur l'intégrale $\int e^{2\pi i (S_z + g \cdot R)} dz$ de la théorie cinématique est que la solution ne dépend que $\frac{d}{dz}$ de la détermination au point d'inflexion de $\frac{d}{dz} (g \cdot R)$.

Cette méthode est particulièrement intéressante lorsqu'on veut mesurer la largeur de séparation des dislocations partielles. COCKAYNE montre qu'il faut corriger la largeur de séparation des partielles observées.

Si R est le déplacement dans le cas d'une dislocation mixte, la composante vis $R_v = \frac{b_v}{2\pi} \theta$ (θ est dans le plan normal à la dislocation, b_v est la composante vis du vecteur de Burgers).

Pour la partie coin de la dislocation, il y a deux composantes du déplacement, une parallèle à b , R_{c1} et l'autre normale au plan de glissement R_{c2} .

A un point r , les composantes sont :

$$R_{c1} = \frac{b_c}{2\pi} \left[\theta + \frac{\sin 2\theta}{4(1-\nu)} \right]$$

$$R_{c2} = \frac{-b_c}{2\pi} \left[\frac{1-2\nu}{2(1-\nu)} \log r + \frac{\cos 2\theta}{4(1-\nu)} \right]$$

où ν est le coefficient de Poisson et b_c la composante coin du vecteur de Burgers.

Le déplacement dû à une dislocation mixte sera donc :

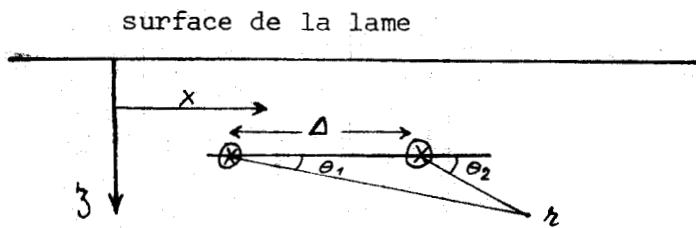
$$\vec{R} = \frac{1}{2\pi} \left\{ \bar{b}_\theta + b_c \frac{\sin 2\theta}{4(1-\nu)} \bar{u} + \bar{b}_c \Lambda \bar{u} \left(\frac{1-2\nu}{2(1-\nu)} \log r + \frac{\cos 2\theta}{4(1-\nu)} \right) \right\}$$

\bar{u} est un vecteur unitaire le long de la ligne de dislocation.

Si la dislocation glisse dans le plan qui est normal en faisceau incident d'électron, $\bar{b}_c \Lambda \bar{u}$ est parallèle à la direction du faisceau d'électron et alors $g \cdot \bar{b}_c \Lambda \bar{u} = 0$

$$\text{donc } \bar{g} \cdot \vec{R} = \frac{\bar{g}}{2\pi} \left[\bar{b}_\theta + \bar{b}_c \frac{\sin 2\theta}{4(1-\nu)} \right]$$

La condition $S_g + \frac{d}{d_z} (g \cdot R) = 0$ donne dans le cas de 2 dislocations partielles de vecteur de Burgers \bar{b}_1 et \bar{b}_2 disposés comme sur la Figure suivante, dans le plan de dissociations.



$$- S_g = \frac{d}{d_z} \cdot (g \cdot R)$$

$$- S_g = \frac{g}{2\pi x} \left(b_1 + \frac{b_1 c}{2(1-\nu)} \right) + \frac{g}{2\pi(x-\Delta)} \left(b_2 + \frac{b_2 c}{2(1-\nu)} \right)$$

Δ est la séparation des 2 partielles.

On résout l'équation du second degré en x.

A partir du Δ_{obs} nous pouvons obtenir la séparation vraie Δ par

$$\text{l'équation : } \Delta_{\text{obs}} = \left[\Delta^2 + \frac{(a+b)^2}{a^2 b^2} + \frac{2(a+b)}{ab} \Delta - \frac{4\Delta}{a} \right] \frac{1}{2}$$

avec

$$a = \frac{-S_g}{\left[\frac{g}{2\pi} b_1 + \frac{b_1^2 c}{2(1-\nu)} \right]}$$

et

$$b = \frac{-S_g}{\left[\frac{g}{2\pi} b_2 + \frac{b_2^2 c}{2(1-\nu)} \right]}$$

On montre géométriquement que $S_g = (1-u) \frac{g^2}{2K}$ avec $K = \frac{1}{J}$

et n_g la réflexion satisfaite.

COCKAYNE donne comme conditions expérimentales :

i) $|S_g| > 2 \cdot 10^{-2} \text{ \AA}^{-1}$

ii) $|W| = |S_g \xi_g| > 5$

iii) aucune autre réflexion, autres que les réflexions systématiques, fortement excitée.

Nous avons calculé la valeur de S_g nécessaire dans notre cas, lorsqu'on se donnait $\frac{\Delta_{\text{obs}} - \Delta}{\Delta} < 5\%$ vues nos grandes largeurs

de dissociation, on trouve que $S_g > 0,5 \cdot 10^{-2} \text{ \AA}^{-1}$.

Il a été montré que cette correction faite, on arrive à la bonne valeur de Δ à $\pm 7 \text{ \AA}$.

Connaissant la position exacte des dislocations partielles, donc la largeur du ruban de faute, on peut alors déterminer l'énergie de faute d'empilement γ .

L'énergie de faute d'empilement est un paramètre important dans la théorie de la déformation plastique, elle donne des indications sur la mobilité de la dislocation (glissement, cross-slip...).

ANNEXE 3.

Nous rappelons d'abord quelques éléments généraux de la thermodynamique du glissement activé des dislocations, puis nous décrivons la méthode de mesure du volume d'activation (voir {33} et {34} pour plus de détails).

FRANCHISSEMENT D'OBSTACLES LOCALISES PAR UNE DISLOCATION

Au cours de son mouvement sous l'effet d'une contrainte appliquée σ , une dislocation franchit différents types d'obstacles. Les obstacles qui contrôlent le mouvement des dislocations correspondent à des barrières d'énergie de l'ordre de l'électron-volt, et qui mettent en jeu au plus quelques centaines d'atomes. L'énergie thermique facilite le franchissement de ces obstacles, et la contrainte à appliquer pour déformer le cristal à une vitesse donnée, est une fonction décroissante de la température.

Soit une barrière d'énergie de hauteur ΔG_0 . Sous l'action de la contrainte appliquée, la dislocation ne pourra surmonter l'obstacle que si l'activation fournit l'énergie ΔG sur une longueur l de dislocation.

Pour un mouvement isotherme et réversible de la dislocation, cette énergie est donnée par :

$$\Delta G = \Delta G_0 - \sigma b l \Delta R$$

(ΔR = distance qui sépare la dislocation de sa position de col).

Les deux principes de la thermodynamique permettent d'écrire :

$$d(\Delta G) = \left[\frac{\partial \Delta G}{\partial \sigma} \right]_{T, ssc} d\sigma + \left[\frac{\partial \Delta G}{\partial T} \right]_{\sigma, ssc} dT$$

(ssc = sous-structure constante).

On définit alors l'entropie d'activation :

$$\Delta S = - \left[\frac{\partial \Delta G}{\partial T} \right]_{\sigma, s.s.c.}$$

et le volume d'activation V :

$$V = - \left[\frac{\partial \Delta G}{\partial \sigma} \right]_{T, s.s.c.}$$

On définit également une aire d'activation A tel que :

$$V = b A$$

Expérimentalement, on détermine le volume d'activation de la manière suivante ; la vitesse de déformation plastique, sous l'effet de la contrainte peut s'exprimer par une loi type Arrhénius :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp - \frac{\Delta G}{kT} (\sigma_a, T)$$

$$kT \left(\frac{\delta \ln \frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}}{\partial \sigma_a} \right)_T = - \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial \sigma_a} \right)_{T, s.s.c.} = V$$

Mesure des volumes d'activation

Nous avons évalué les volumes d'activation par la méthode de relaxation de contrainte.

L'essai de relaxation consiste à arrêter en cours de déformation la traverse mobile de la machine. On observe la décroissance de la contrainte σ en fonction du temps (t).

Un tel essai permet d'obtenir une variation continue de la vitesse de déformation imposée au cristal. Dans l'hypothèse d'un glissement activé thermiquement, les courbes de relaxation admettent une variation logarithmique :

$$\frac{\Delta F}{S} = \Delta \sigma = \frac{kT}{v} \ln \left(\frac{t}{c} + 1 \right)$$

(c est une constante liée au module élastique effectif de l'ensemble éprouvette-machine).