



HAL
open science

Contribution à l'étude des figures d'attaque sur les faces 01.2 de l'hématite par microscopie interférentielles et stéréoscopie au microscope électronique à balayage

Francis Wagner

► **To cite this version:**

Francis Wagner. Contribution à l'étude des figures d'attaque sur les faces 01.2 de l'hématite par microscopie interférentielles et stéréoscopie au microscope électronique à balayage. Matériaux. Université Paul Verlaine - Metz, 1973. Français. NNT : 1973METZ009S . tel-01775541

HAL Id: tel-01775541

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775541v1>

Submitted on 24 Apr 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

S/M₃ - 73/19
2^e ex.

THÈSE

présentée
A L'U.E.R. « SCIENCES EXACTES ET NATURELLES »
DE L'UNIVERSITÉ DE METZ

pour obtenir le grade de
DOCTEUR SPÉCIALISÉ EN PHYSIQUE DU SOLIDE (3^e cycle)

par
Francis WAGNER
Assistant à l'I.U.T. de Metz

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv	19730295
Cote	S/M ₃ 73/19
Loc	Magasin

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE
DES FIGURES D'ATTAQUE
SUR LES FACES {01.2} DE L'HÉMATITE
PAR MICROSCOPIE INTERFÉRENTIELLE
ET STÉRÉOSCOPIE AU MICROSCOPE
ÉLECTRONIQUE A BALAYAGE

Soutenu le 22 février 1973 devant la commission d'examen :

Président : J. BOLFA
Examineurs : R. BARO
B. BAUDELET

U N I V E R S I T E D E M E T Z

Président : M. LONCHAMP J.P.

U.E.R. "Sciences Exactes et Naturelles"

Directeur : M. BLOCH J.M.

PROFESSEURS :

- | | |
|-------------------|----------------------|
| - M. LONCHAMP | T.T.P. Physique |
| - M. BARO R. | T. Physique |
| - Mme CAGNIANT D. | P.S.C. Chimie |
| - M. LERAY J. | P.S.C. Physique |
| - M. BLOCH J.M. | T. Chimie |
| - M. PELT J.M. | T. Biologie Végétale |

MAITRES DE CONFERENCES :

- | | |
|-------------------|--------------|
| - M. KLEIM R. | Physique |
| - M. CERTIER M. | Physique |
| - M. CHARLIER A. | Physique |
| - M. TAVARD C. | Physique |
| - M. WEBER J.D. | Mécanique |
| - M. WEIL M. | Mathématique |
| - M. WENDLING E. | Chimie |
| - M. BAUDELET B. | Physique |
| - M. CARABATOS C. | Physique |
| - M. FALLER P. | Chimie |
| - M. JOUANY J.M. | Toxicologie |
| - M. RHIN G. | Mathématique |
| - Mme SEC A. | Mathématique |

MAITRE DE CONFERENCES ASSOCIE :

- | | |
|--------------|--------------|
| - M. YUEN P. | Mathématique |
|--------------|--------------|

CHARGE D'ENSEIGNEMENT :

- | | |
|---------------|--------------|
| - M. MORIN B. | Mathématique |
|---------------|--------------|

A ma femme

A mes parents

AVANT-PROPOS

Le présent travail a été réalisé au Laboratoire de Métallurgie Structurale où Monsieur le Professeur R. BARO a bien voulu m'accueillir. Je le prie d'accepter l'expression de ma sincère reconnaissance pour la confiance et le constant intérêt qu'il m'a manifestés.

Je suis très touché de l'honneur que me fait Monsieur le Professeur J. BOLFA, de la Faculté des Sciences de NANCY, en acceptant de présider mon jury et je l'en remercie très vivement.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur B. BAUDELET pour l'intérêt porté à mon travail et pour sa participation à mon jury.

Je tiens à remercier également Mademoiselle C. BALTZINGER qui a bien voulu m'initier à la recherche et diriger ce travail.

A tous mes collègues du laboratoire, j'exprime ma sincère gratitude pour l'atmosphère amicale dont ils m'ont entouré.

Mes remerciements vont aussi à Madame M.F. BECKER à qui je dois l'initiation à la manipulation des microscopes électroniques, à Monsieur A. BILOCQ pour son aide dans la réalisation de certains montages expérimentaux et à Monsieur A. THIL pour la qualité exceptionnelle de son travail de reproduction des figures et des photographies.

J'adresse mes sincères remerciements à
Monsieur le Professeur J.M. BLOCH, Directeur de la Faculté des
Sciences de METZ, pour les facilités accordées dans la réali-
sation des travaux de reproduction.

Enfin, j'exprime mon entière satisfaction à
Mademoiselle N. MORITZ pour le soin apporté à la présentation
du texte, ainsi qu'à toutes les personnes ayant participé à
son impression.

ooOoo

TABLE DES MATIERES

	PAGES
INTRODUCTION	1
POSITION DU PROBLEME	2
I. TECHNIQUES EXPERIMENTALES	4
1. MICROSCOPIE INTERFERENTIELLE	5
1.1 Principe	5
1.2 Aspects pratiques	8
2. STEREOSCOPIE AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE	11
2.1 Principe	11
2.2 Erreurs	13
2.3 Etalonnages	16
2.4 Exemple de mesure	17
II. RESULTATS	28
1. MICROSCOPIE INTERFERENTIELLE	29
2. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE	38
III. INTERPRETATION	51
1. RAPPELS CRISTALLOGRAPHIQUES	52
2. EVOLUTION DES FIGURES D'ATTAQUE	54
2.1 Théorie cinématique	54
2.2 Comparaison des résultats expérimentaux et des prévisions théoriques	60

.../...

3. PENTES DES FIGURES D'ATTAQUE	63
3.1 Indexation des microfaces	63
3.2 Constance de l'angle β	67
3.3 Dissolution et densités réticulaires des microfaces	
CONCLUSION	74
ANNEXE I	
INFLUENCE DE L'INCLINAISON DU MIROIR DE REFERENCE SUR LES PENTES MESUREES EN MICROSCOPIE INTERFERENTIELLE	77
ANNEXE II	
CALCUL D'UNE DENIVELLATION EN STEREOSCOPIE AU M.E.B.	80
BIBLIOGRAPHIE	84

ooOoo

INTRODUCTION

L'étude des figures d'attaque qui apparaissent à la surface des cristaux a pour objet la recherche des propriétés des défauts cristallins qui initient ces figures et la compréhension du mécanisme de dissolution. S'il existe aujourd'hui des moyens plus puissants pour caractériser les défauts cristallins, l'intérêt de cette étude demeure intact lorsqu'il s'agit de comprendre le phénomène de dissolution lui-même.

La nature tridimensionnelle du phénomène implique pour l'expérimentateur l'utilisation de techniques spéciales de microscopie capables d'en rendre compte. La microscopie interférentielle et la stéréoscopie sur clichés de microscopie électronique à balayage (M.E.B.) répondent à cette exigence.

Le but de notre travail est la mise au point de ces deux techniques et leur application à l'étude des figures d'attaque sur les faces $\{01.2\}$ de l'hématite. Il s'insère dans le cadre plus général d'une étude des figures d'attaque sur les différentes faces de $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$ entreprise au Laboratoire de Métallurgie Structurale.

POSITION DU PROBLEME

Les travaux antérieurs qui traitent des figures d'attaque sur l'hématite [1 à 6] présentent deux lacunes : d'une part, ils n'apportent que peu d'informations en ce qui concerne la 3ème dimension de ces figures et ne permettent donc pas de présenter un modèle satisfaisant, d'autre part, ils n'expliquent pas les différences de forme observées sur un même type de face pour des conditions d'attaque identiques. Ceci est vrai en particulier pour les faces {01.2} qui sont les plus denses de l'hématite et les moins solubles [7]. L'apparition de microfaces de ce type est donc à prévoir lors de la dissolution globale d'un cristal d'hématite. Il en résulte un intérêt particulier pour la compréhension des mécanismes d'attaque dans (01.2).

Les techniques utilisées dans ce travail, si elles visent au même but, c'est-à-dire obtenir des mesures à trois dimensions d'objets microscopiques, diffèrent dans leurs domaines et modalités d'application.

L'utilisation de la microscopie interférentielle qui fait apparaître des "courbes de niveaux" permet d'étudier, grâce à la simplicité des mesures, de nombreuses figures et d'établir ainsi des statistiques pour les angles mesurés. Elle n'est applicable cependant que pour des figures suffisamment développées, c'est-à-dire pour des temps d'attaque suffisamment longs, compte tenu des possibilités de grandissement d'un tel microscope.

L'utilisation de grandissements plus forts, c'est-à-dire de microscopes électroniques, présente deux

intérêts : ils permettent d'une part, d'observer si les figures possèdent déjà pour des temps d'attaque très courts les formes caractéristiques qui sont les leurs à un stade plus avancé et de rapprocher ainsi les données expérimentales de l'échelle microscopique utilisée pour proposer un mécanisme ; d'autre part, ils permettent de suivre au cours du temps l'évolution des différentes grandeurs caractérisant les figures, c'est-à-dire de connaître leur cinétique.

La stéréoscopie sur les clichés microscopiques est la seule méthode qui permette d'obtenir des données quantitatives pour la 3ème dimension dans ce domaine de grandissement.

Notons que cette méthode présente un intérêt qui dépasse le domaine d'application qui en est fait dans ce travail ; une fois mise au point, elle fournit un outil de choix pour l'étude de problèmes de détermination de l'orientation des micro-facettes, de mesure de tailles de grains, de microfractographie, en se limitant aux problèmes qui intéressent le métallurgiste.

CHAPITRE 1

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

1. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

1. MICROSCOPIE INTERFERENTIELLE

1.1 Principe

Le microscope interférentiel (M.I.) utilisé est réalisé par la firme Zeiss. C'est un microscope interférentiel à deux faisceaux ; son schéma de principe est indiqué à la figure 1. Les deux faisceaux (faisceau de

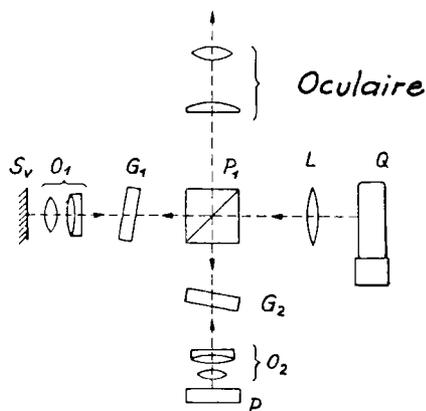


Figure 1 : Schéma de principe du microscope interférentiel
(d'après [8])

référence qui se réfléchit sur un miroir fixe Sv et faisceau objet qui se réfléchit sur l'échantillon P) parcourent des chemins optiques égaux si :

- a) les distances du cube diviseur P_1 au miroir S_v et à l'échantillon P sont égales ;
- b) les objectifs O_1 et O_2 sont identiques ;
- c) les lames plans G_1 et G_2 sont identiques et orientées de la même façon dans chaque faisceau ;
- d) la surface de l'échantillon P est parfaitement plane.

La construction du microscope permet de satisfaire aux trois premières conditions. Notons en particulier que des paires d'objectifs identiques d'ouvertures numériques différentes sont fournies et que les lames plans G_1 et G_2 identiques par construction peuvent être orientées par l'opérateur.

La recombinaison des deux faisceaux va donner lieu à un phénomène d'interférences dans l'un des deux cas suivants (ou lorsqu'ils se produisent simultanément) :

- un coin d'air virtuel d'angle θ est produit entre le miroir S_v et la surface de l'échantillon P.
- l'échantillon P n'ayant plus une surface plane, la topographie de cette surface introduit des différences de marche entre le faisceau objet et le faisceau de référence.

L'intensité après recombinaison des faisceaux est proportionnelle à $1 + \cos \frac{2\pi\Delta}{\lambda}$ [9]

avec Δ = différence de marche entre les deux faisceaux

λ = longueur d'onde de la lumière monochromatique utilisée.

Une frange noire va apparaître pour toute valeur de Δ égale à $(2k + 1) \frac{\lambda}{2}$ avec k entier relatif. On passe d'une frange noire à la suivante pour une variation de Δ égale à λ . Si l'on considère par exemple un échantillon avec un relief microscopique deux franges successives correspondent à une variation de dénivellation de $\frac{\lambda}{2}$ par rapport à la surface de référence du miroir Sv (la dénivellation est en effet égale à la demi-différence de marche puisque le microscope travaille en réflexion). Assimiler le système de franges à des courbes de niveau de pas $\frac{\lambda}{2}$ n'est toutefois exact que si l'échantillon est éclairé en incidence normale.

Lorsqu'on travaille avec des objectifs de grande ouverture numérique (classiquement notée $\sin u$) un point de l'échantillon est atteint non par un faisceau incident normal à l'échantillon mais par un cône de lumière de demi angle d'ouverture inférieur ou égal à u . Un interfrange correspond alors à une variation de dénivellation égale à $\frac{\lambda}{2} (1 + f)$ [9,10]. Le facteur de correction f a été déterminé théoriquement et confirmé expérimentalement [9,10]. Pour le microscope interférentiel Zeiss le constructeur fournit une table indiquant la correction à faire en fonction de l'ouverture utilisée.

Moyennant cette correction le système de franges représente exactement la topographie de l'échantillon. Toutefois, nous avons indiqué précédemment que les variations de dénivellation étaient à considérer par rapport au plan du miroir Sv. En pratique ce que nous

désirons mesurer ce sont les dénivellations par rapport à la surface macroscopique de l'échantillon. Il faut donc soit amener en coïncidence virtuelle le miroir et la surface macroscopique de l'échantillon (ceci est réalisé lorsque les franges n'apparaissent plus sur cette surface) soit tenir compte, lors du dépouillement, de l'inclinaison par rapport au miroir de référence de cette surface (l'inclinaison est déterminée par l'écartement des franges qui y apparaissent) (voir annexe AI).

1.2 Aspect pratique

Toutes les micrographies interférentielles ont été obtenues en lumière monochromatique ($\lambda = 0,5350\mu$), la source lumineuse étant une lampe au Thallium. Nous avons utilisé un objectif 60 x ce qui correspond à un grandissement de 95 sur le négatif avec l'oculaire photo 1,3 x. Le négatif est ensuite tiré avec un agrandissement d'environ 20. Les mesures sont faites sur ces agrandissements avec une règle. La précision est essentiellement liée à la précision des mesures de l'interfrange i . Pour nos mesures $\frac{\Delta i}{i}$ est de l'ordre de 6%.

Nous allons indiquer sur un exemple comment ont été conduites les mesures. La figure 2a montre une micrographie interférentielle d'une figure d'attaque sur une face {01.2} d'hématite. Nous voulons obtenir la pente moyenne entre les points A et B par rapport à la surface de l'échantillon. Les grandeurs calculées ainsi

que l'orientation du miroir de référence sont indiquées à la figure 2b ; le plan de cette figure est le plan normal à la surface de l'échantillon passant par A et B.

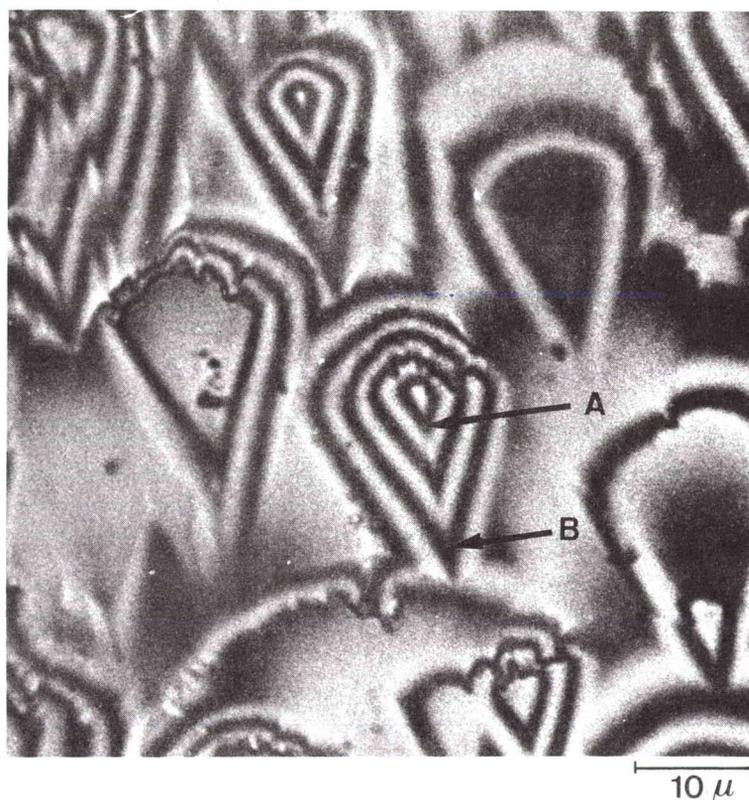


Figure 2a : Figure d'attaque en microscopie interférentielle.

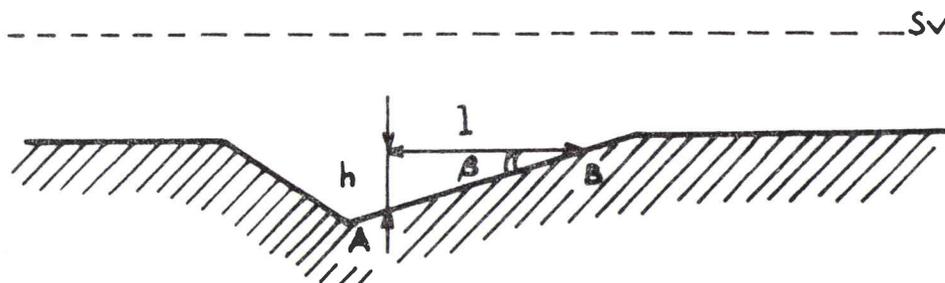


Figure 2b : Schéma en coupe de la figure d'attaque.

La pente moyenne entre A et B, $\text{tg}\beta$, s'écrit :

$$\text{tg}\beta = \frac{h}{l} = \frac{n\lambda/2 (1 + f)}{L/M}$$

avec :

n : nombre d'interfranges entre A et B

λ : longueur d'onde utilisée

f : facteur de correction due à l'ouverture

L : distance mesurée entre A et B sur la
photographie

M : grandissement total

Dans l'exemple de la figure 2a on a :

$$n = 2$$

$$\lambda = 0,5350 \mu$$

$$f = \frac{5}{100}$$

$$L = 16 \text{ mm}$$

$$M = 1610$$

d'où :

$$\text{tg}\beta = 0,054 \pm 0,004$$

$$\text{et } \beta = 3^{\circ}10' \pm 15'$$

2. STEREOSCOPIE AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE

A BALAYAGE (M.E.B.)

2.1) Principe

Le principe de la stéréoscopie en microscopie électronique est le suivant : la même zone d'un échantillon est photographiée sous deux inclinaisons différentes. Ces deux positions d'inclinaison sont considérées comme symétriques par rapport à une position moyenne dont elles s'écartent d'un angle + ou - $\alpha/2$ (figure 3). La reconstitution du relief se fait pour cette position moyenne. Une dénivellation h entre deux points est calculée à l'aide de la relation :

$$h = \frac{P}{2M \sin \alpha/2} \quad (II) \quad \begin{array}{l} \text{(Démonstration à} \\ \text{l'annexe AII)} \end{array}$$

avec : h = dénivellation mesurée parallèlement au faisceau incident

p = parallaxe = différence entre distances mesurées entre les deux points considérés pour les deux photographies

α = différence d'angles d'inclinaison correspondant aux deux photographies

M = grandissement total des photographies par rapport à l'échantillon.

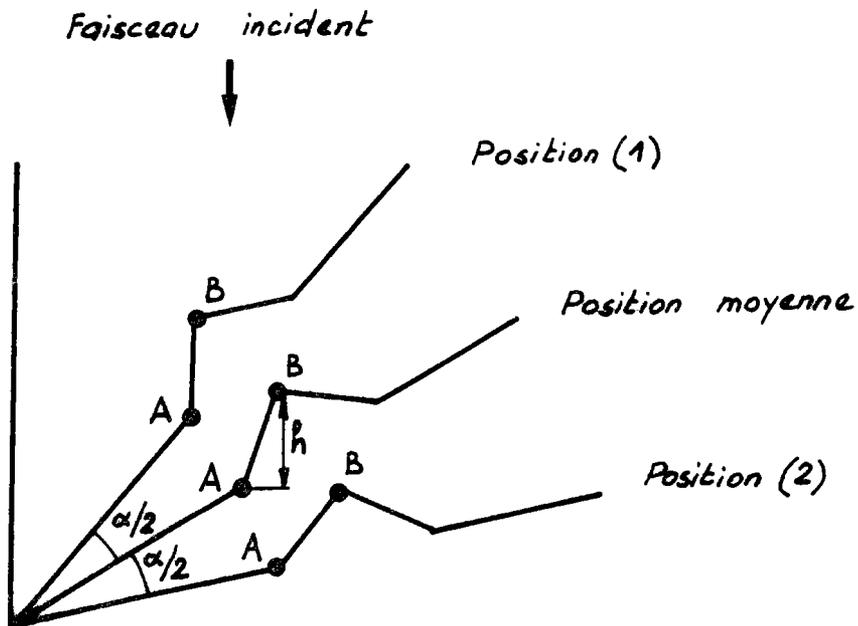


Figure 3 : Vue en coupe des deux positions de photographie de l'échantillon (Position (1) et Position 2)) et de la position moyenne pour laquelle est calculée la dénivellation h .

Trois conditions sont nécessaires pour que cette formule puisse être appliquée :

- i) cette formule est obtenue en considérant que chaque photo est la projection parallèle agrandie de la zone étudiée. L'approximation de la projection

parallèle introduit des erreurs tout à fait négligeables dès que le grandissement est supérieur à 1000 ce qui est toujours le cas dans ce travail [11].

- ii) les deux photographies doivent être prises au même grandissement.
- iii) la parallaxe est mesurée perpendiculairement à la direction d'inclinaison. Nous allons revenir sur les étalonnages nécessaires pour que cette condition soit remplie.

La méthode a été appliquée avec un M.E.B. Stéréoscan de la Société CAMBRIDGE.

2.2) Erreurs

Les erreurs possibles en appliquant cette méthode sont liées aux trois grandeurs à mesurer p , α et M .

a) erreurs dues à M

Lorsqu'il s'agit de déterminer des pentes ou des angles entre facettes, la connaissance du grandissement M n'est pas nécessaire, ces grandeurs étant déterminées par des rapports. Par contre, le grandissement doit être connu si l'on désire obtenir une valeur absolue pour h . L'incertitude sur M , de l'ordre de 1% au M.E.B. après étalonnage, entraîne une incertitude égale sur h .

L'erreur dite d'inclinaison [12,13] est la variation de grandissement due à la variation de

distance de travail après inclinaison de l'échantillon. (La distance de travail est la distance de la dernière lentille du microscope à l'échantillon ; elle dépend du courant d'excitation de cette lentille, l'objet étant situé sensiblement dans son plan focal).

Cette erreur est éliminée au M.E.B. grâce au déplacement de l'échantillon parallèlement au faisceau incident. En effet, pour obtenir la deuxième photographie après inclinaison, on remet au point en déplaçant l'échantillon verticalement sans modifier le courant d'excitation des lentilles donc sans modifier la distance de travail.

L'erreur dite de perspective [12,13] est la variation du grandissement sur une même photo due à la variation de distance de travail à travers le champ de l'image. Cette erreur a été estimée par BOYDE [14] qui a mesuré la variation de grandissement aux deux extrémités d'un porte échantillon incliné à 45° en fonction du grandissement. Cette variation est de 0,45 % à $M = 1000$ et de 0,08 % à $M = 5000$.

Encore faut-il souligner avec l'auteur que cette erreur est moins grande que prévue car les points correspondants d'une paire de photos stéréo sont situés dans la même zone du champ image. Opérant à des grandissements supérieurs ou égaux à 5000, nous négligerons cette erreur.

b) erreurs_dues_à_p

L'incertitude relative sur la parallaxe $\frac{\Delta p}{p}$ dépend de la méthode de mesure utilisée (c'est elle qui fixe Δp) et de la dénivellation mesurée (p est proportionnelle à la dénivellation h). Si l'on emploie un stéréoscope muni d'une barre de parallaxe, p peut être déterminé à 0,01 mm près. La précision est la même si l'on utilise un comparateur ce qui est généralement notre cas. En fait, cette précision pour p est rarement atteinte car les détails utilisés pour faire les visées ne sont pas tout à fait ponctuels. Pour nos mesures $\frac{\Delta p}{p}$ est de l'ordre de 0,4 %. Cette précision diminue légèrement si les mesures sont faites à la règle sur les photos très agrandies.

La parallaxe devant être mesurée suivant la direction perpendiculaire à la direction d'inclinaison, une erreur est commise si la mesure est faite dans une direction qui s'en écarte d'un angle ϵ . Cette erreur est inférieure à 1 % pour $\epsilon = 2^\circ$ et de l'ordre de 0,1 % pour $\epsilon = 1^\circ$ [14].

c) distorsion

La distorsion de l'image par rapport à l'échantillon due à "l'optique" de l'appareil n'a été observée qu'à faible grandissement [15]. Aux forts grandissements (M supérieur à 2000) seul le tube cathodique sur lequel apparaît l'image à photographier provoque de la distorsion [14]. Nous avons vérifié en

mesurant la déformation d'une grille générée par le tube cathodique lui-même que la distorsion n'est importante que dans les coins. C'est donc dans la zone centrale de l'image que seront choisis les points dont on veut mesurer la dénivellation.

d) erreur due à α

La formule (II) montre qu'une connaissance précise de α est nécessaire si l'on veut connaître h avec précision (on a en effet $\frac{\Delta h}{h} = \frac{\Delta \alpha}{\alpha}$ pour des angles assez faibles). La platine du Stéréoscan utilisé ne permet pas de lire directement l'angle d'inclinaison avec suffisamment de précision. Il nous a donc fallu, compte tenu des différents mouvements possibles pour l'échantillon, étalonner l'inclinaison.

2.3) Etalonnages

a) Rotation de l'image

Si l'on compare deux photographies d'un même échantillon correspondant à deux positions d'inclinaison différentes, on constate qu'il existe une direction suivant laquelle les distances entre points ne varient pas : nous l'appelons la direction d'inclinaison. En effet, les points images situés sur cette direction d'inclinaison correspondent à des points de l'échantillon situés sur une parallèle à l'axe mécanique d'inclinaison. Pour le Stéréoscan, le constructeur indique que pour une rotation nulle de l'image la direction d'inclinaison est

parallèle à la direction de balayage horizontal sur l'écran photo. Il y a donc lieu de déterminer dans quelles conditions de travail la rotation de l'image est nulle et quelle est sa valeur pour d'autres conditions de travail. Nous avons pour cela procédé de la manière suivante : un trait rectiligne très fin est tracé sur un porte échantillon positionné de manière telle que le trait soit parallèle à l'axe mécanique d'inclinaison. Lorsque l'image du trait apparaît sur l'écran d'observation (ou la photographie), parallèle à la direction de balayage, la rotation de l'image est nulle. Si ce n'est pas le cas, l'angle de rotation peut être mesuré au rapporteur. Les résultats obtenus sont indiqués au tableau I et à la figure 4.

Haute tension	Distance de travail
30 KV	13 mm
25 KV	18,5 mm
20 KV	12,5 mm
10 KV	40 mm

Tableau I : Conditions de travail pour une rotation nulle de l'image.

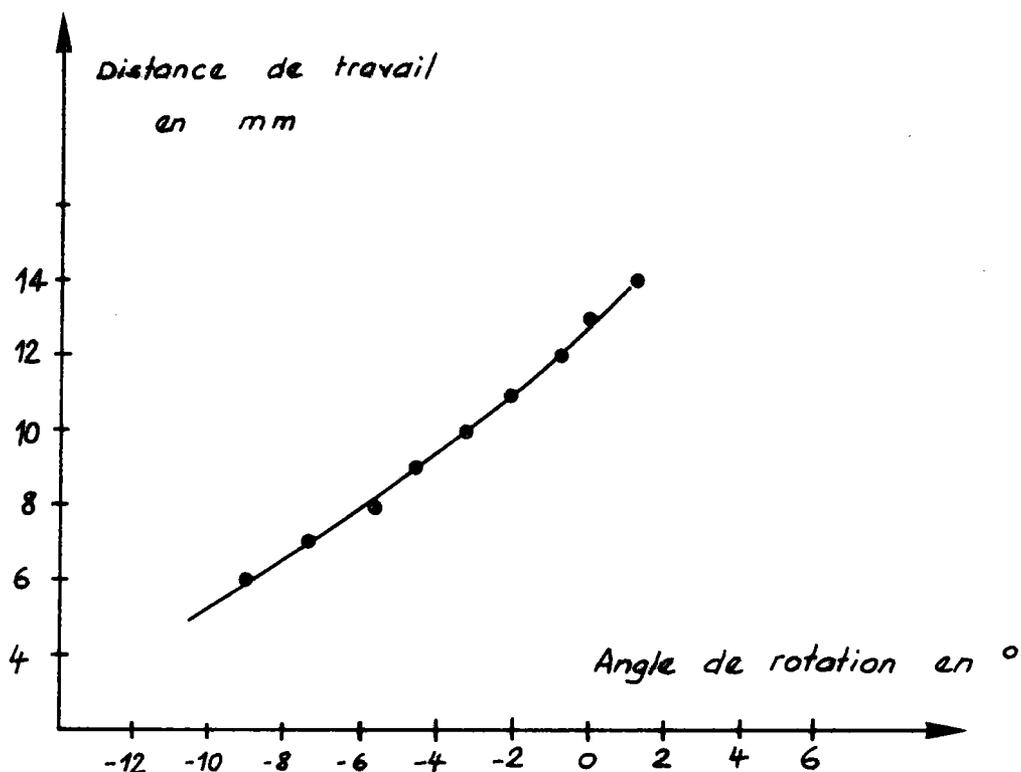


Figure 4 : Rotation de l'image en fonction de la distance de travail à 30 KV.

Ces résultats ont été obtenus pour des courants d'excitation de lentille de 0,65A pour les deux premières lentilles. Nous avons vérifié que dans le domaine usuel de travail (courants des deux premières lentilles compris entre 0,60A et 0,75A) la rotation de l'image n'était pas sensiblement modifiée.

b) angles_d'inclinaison

Le porte objet dans la platine du Stéréoscan a cinq mouvements possibles : 3 mouvements de translation

notés X, Y et Z et 2 mouvements de rotation (inclinaison et rotation azimuthale). Ceci est schématisé à la figure 5.

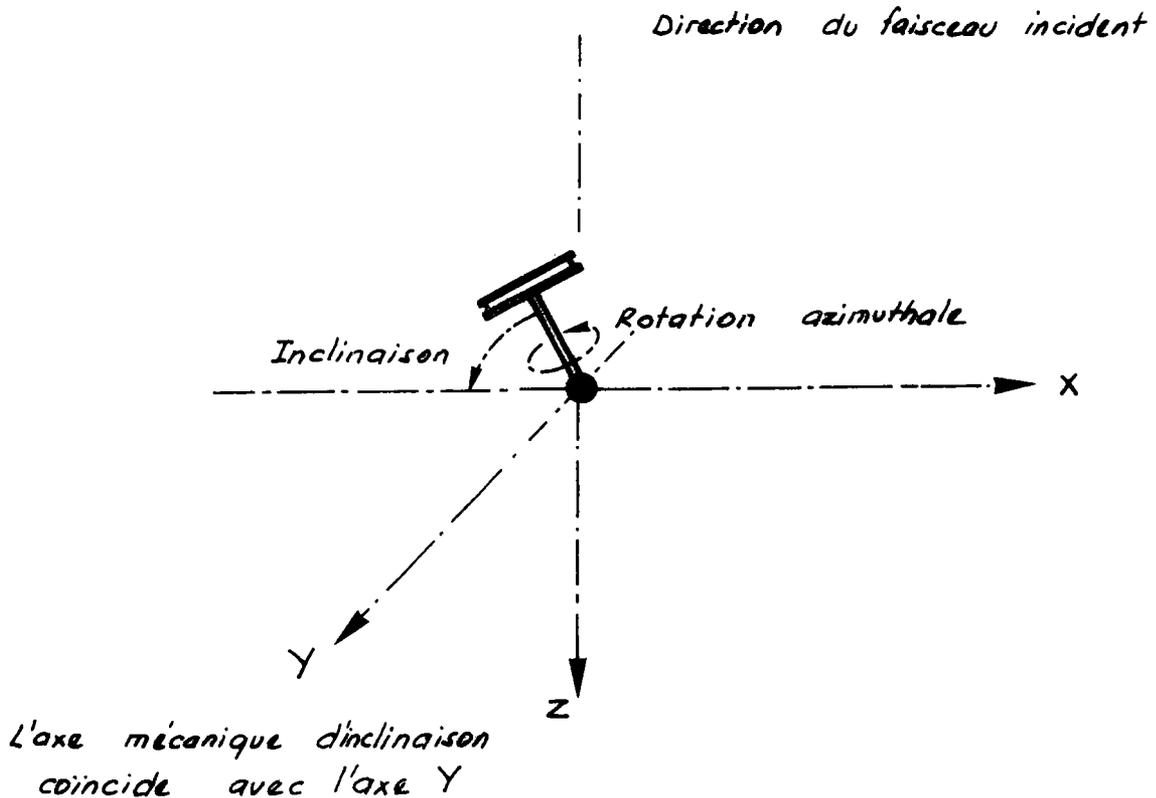


Figure 5 : Schéma des différents mouvements du porte-objet dans la platine du Stéréoscan.

Les angles d'inclinaison ne sont pas connus avec suffisamment de précision pour être utilisés dans la formule (11). De plus, bien que théoriquement les 5 mouvements soient indépendants, on constate en fait que l'angle d'inclinaison varie lors de certains mouvements de translation. Ceci nous a conduit à étalonner le mouvement d'inclinaison et les variations de l'angle

d'inclinaison avec les mouvements X et Z qui sont les seuls utilisés pour obtenir la deuxième photographie du couple stéréoscopique.

Nous avons opéré de la manière suivante : la platine, sortie du microscope, est posée sur un rail de guidage analogue à celui qui existe dans le microscope et construit spécialement pour cet étalonnage. Le porte objet habituel est remplacé dans la platine par un support de mêmes dimensions dans lequel est encastrée une tige de verre d'une trentaine de centimètres de longueur portant deux repères. Un cathétomètre permet de mesurer la différence de cote Z des deux repères. Dans une position donnée, l'angle d'inclinaison sera donné par la relation $\cos \alpha = \frac{Z}{Z_0}$, Z₀ étant la différence de cote entre les deux repères quand la tige de verre est verticale (figure 6).

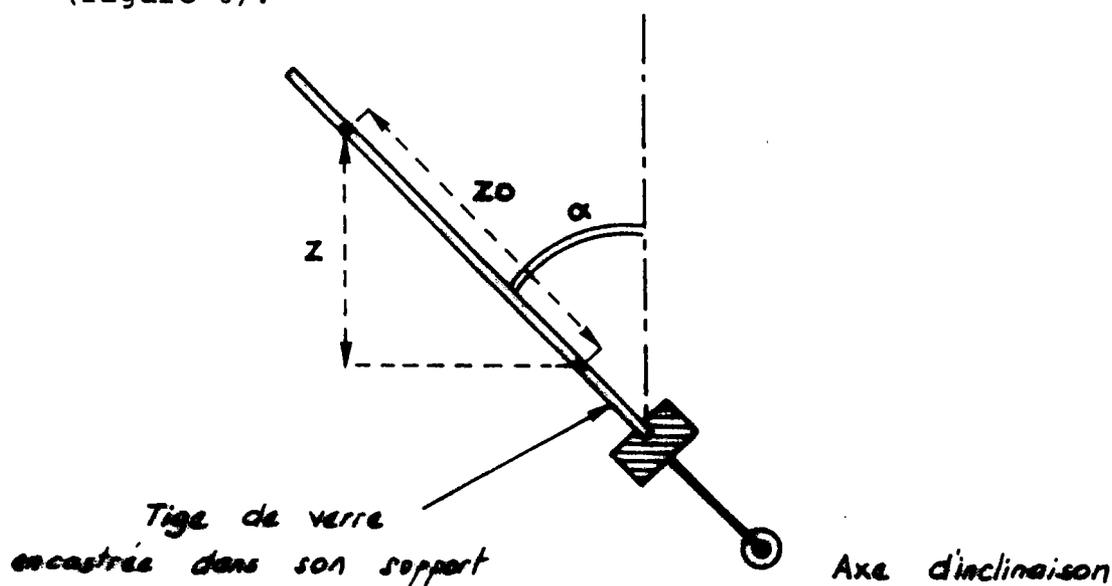


Figure 6 : Schéma du montage effectué.

Les résultats sont présentés aux figures 7, 8 et 9. La figure 8 montre que l'angle d'inclinaison varie linéairement avec Z. La pente obtenue (15' par mm) est valable quel que soit l'angle d'inclinaison lu. De même la variation de l'angle d'inclinaison avec X est indépendante de l'angle d'inclinaison lu.

Ces étalonnages nous permettent de déterminer la valeur réelle d'un angle d'inclinaison à 15' près, connaissant X, Z et la valeur lue sur la platine pour cet angle. L'incertitude de 15' est valable pour des angles d'inclinaison compris entre 30° et 60°, domaine dans lequel nous avons travaillé.

Notons que ces courbes sont analogues à celles obtenues par BOYDE [16] pour un microscope Stéréoscan Mark I avec un montage plus élaboré permettant des mesures d'angle à 1,5' près.

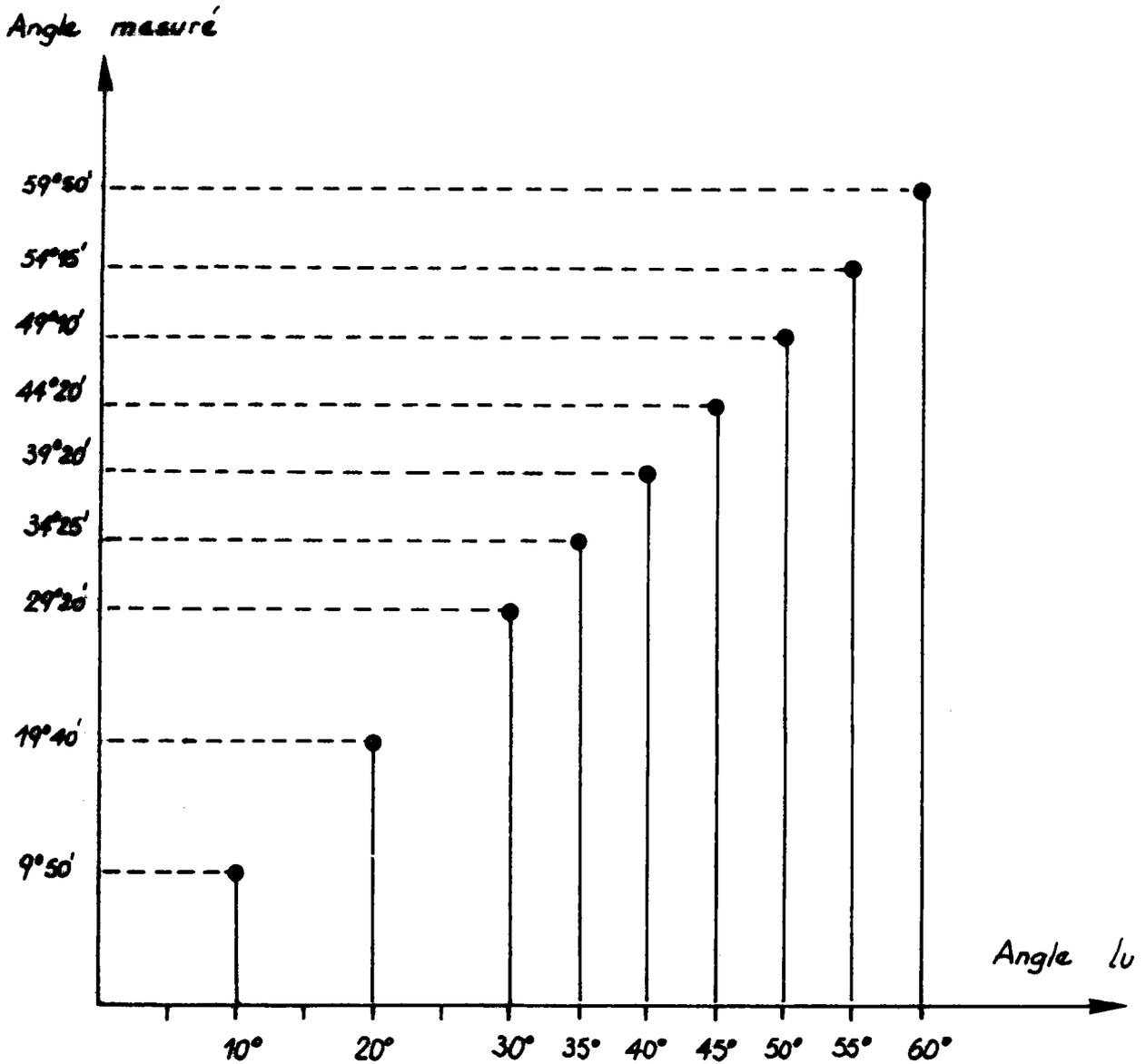


Figure 7 : Angle d'inclinaison mesuré en fonction de l'angle lu

(X et Z fixés à X = 5 mm et Z = 6 mm).

Angles d'inclinaison pour I
(angle l_u : 20°)

Angles d'inclinaison pour II
(angle l_u : 40°)

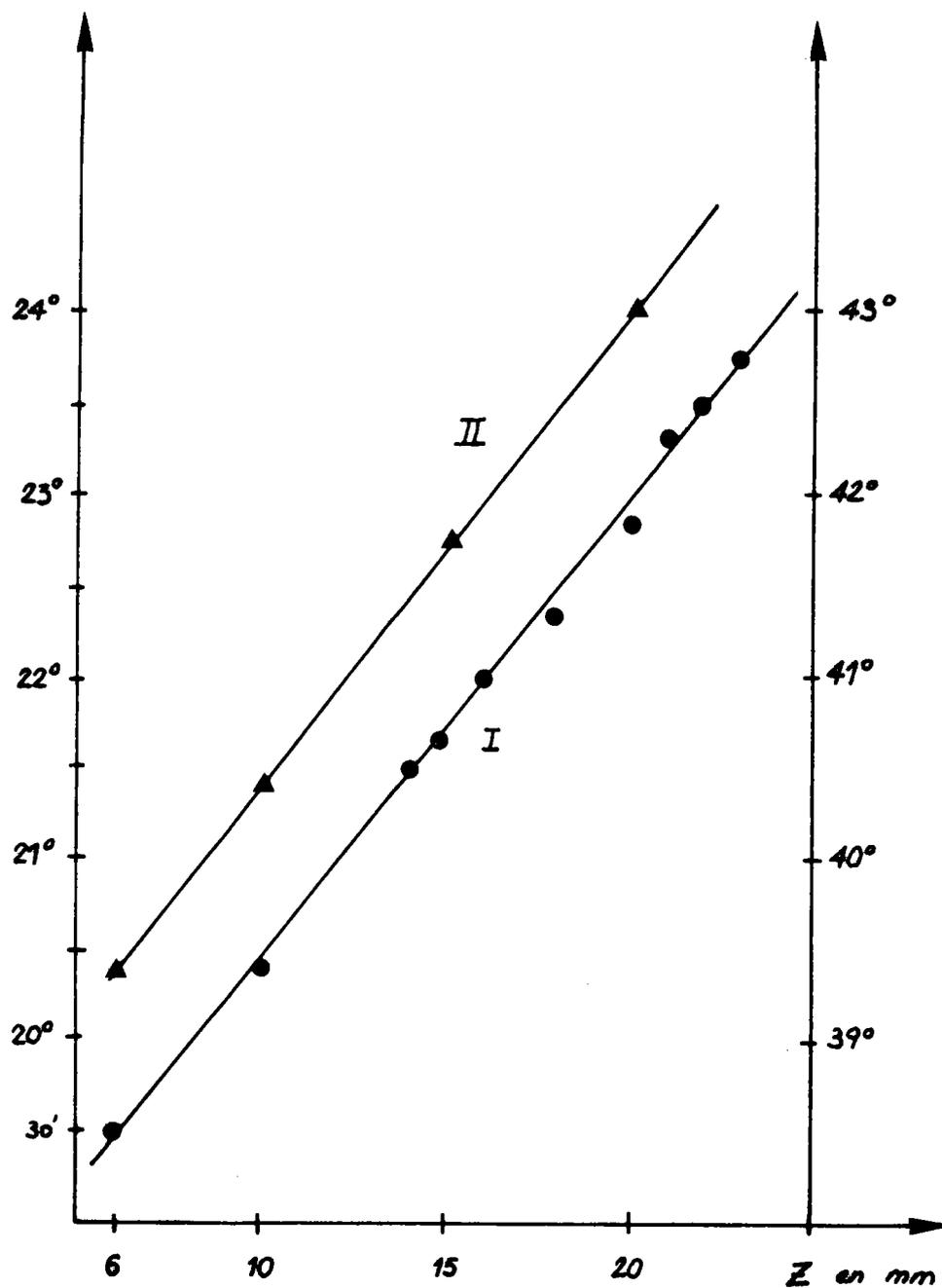


Figure 8 : Variation de l'angle d'inclinaison avec le déplacement vertical Z (X fixé à X = 5 mm).

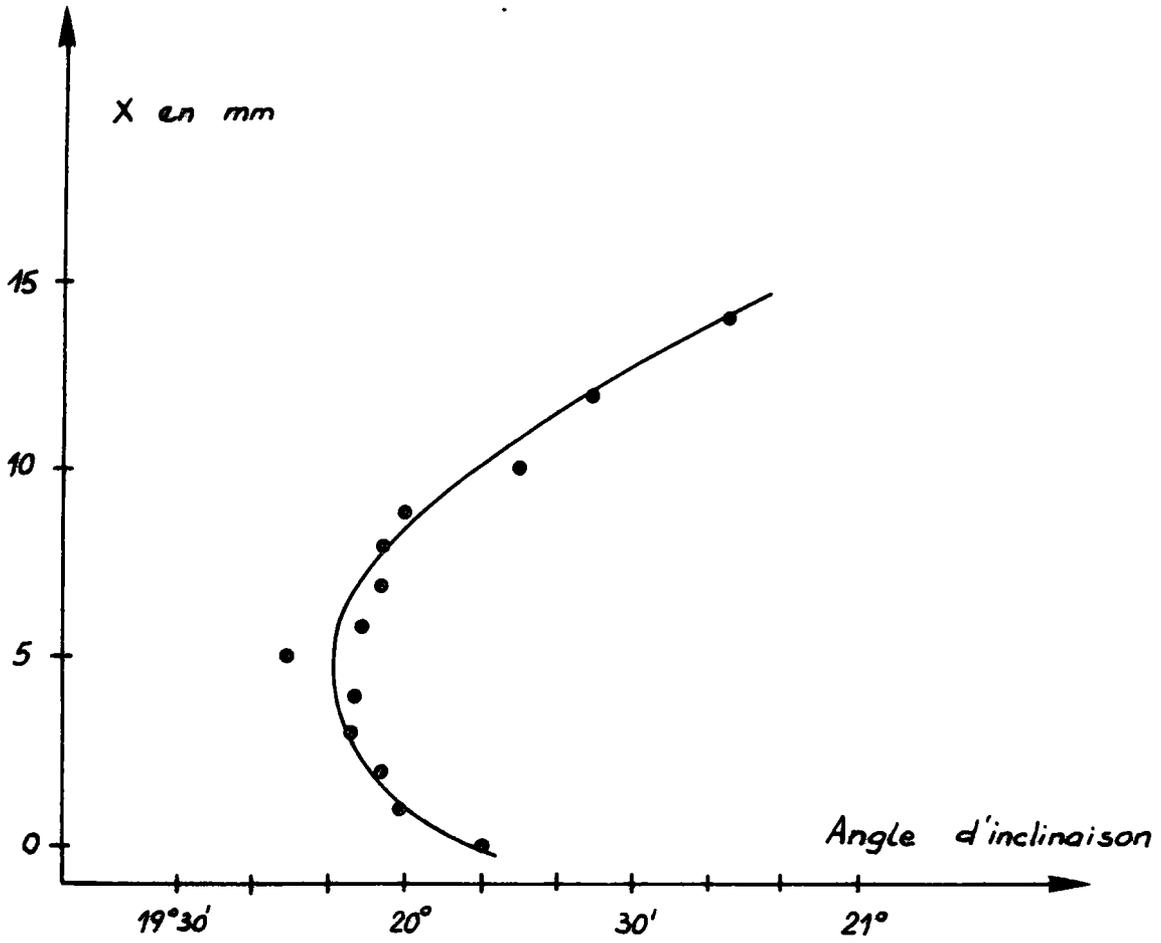


Figure 9 : Variation de l'angle d'inclinaison avec le déplacement horizontal X
(Z fixé à Z = 6 mm).

Sur l'échantillon H5 nous avons vérifié pour une figure à "fond plat" (micrographies de la figure 27) que la profondeur restait constante au cours du temps et que les pentes des facettes qui bordent une telle figure étaient analogues à celles mesurées pour les figures d'attaque normales.

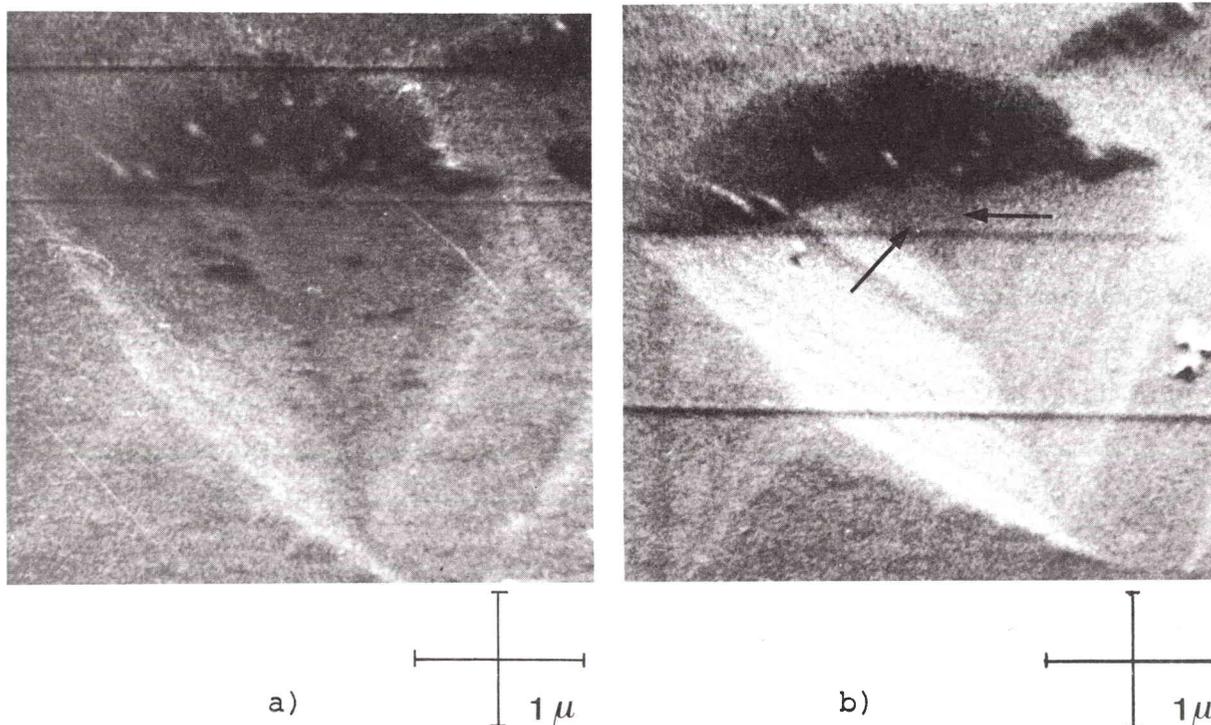


Figure 27 : Figure d'attaque à "fond plat" (les flèches indiquent le "fond plat")
 a) temps d'attaque : 5 mn
 b) temps d'attaque : 6 mn

En conclusion nous pouvons dire que pour les échantillons choisis et pour les intervalles de temps où l'évolution des figures a été observée :

i) les angles β et φ restent constants pour une figure d'attaque donnée. Il en va donc de même pour les pentes $\text{tg}\gamma_i$ d'une facette qui sont déterminées par la relation (III).
 $\text{tg}\beta = \text{tg}\gamma_i \sin\varphi/2$.

Direction du faisceau incident

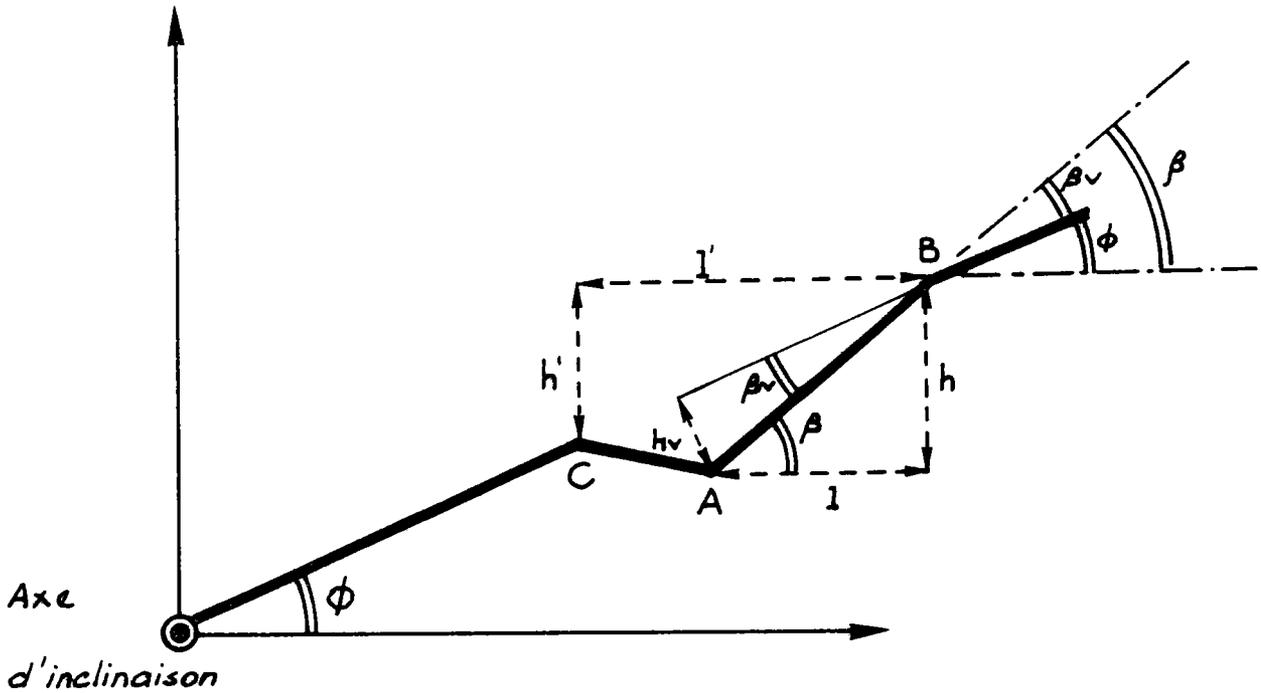


Figure 11 : Figure d'attaque vue en coupe dans la position de reconstruction spatiale.

Nous voyons à la figure 11 que $\beta_v = \beta - \phi$.

Les valeurs de h , h' , l , l' peuvent être calculées

(cf. Annexe II) et l'on obtient alors pour $\text{tg } \beta$ et $\text{tg } \phi$:

$$\text{tg } \beta = \frac{h}{l} = \frac{\frac{L_1 - L_2}{2M \sin \alpha/2}}{\frac{L_1 + L_2}{2M \cos \alpha/2}} = \frac{L_1 - L_2}{L_1 + L_2} \cotg \alpha/2$$

$$\text{et } \text{tg } \phi = \frac{h'}{l'} = \frac{\frac{L'_1 - L'_2}{2M \sin \alpha/2}}{\frac{L'_1 + L'_2}{2M \cos \alpha/2}} = \frac{L'_1 - L'_2}{L'_1 + L'_2} \cotg \alpha/2$$

où

L_1 = distance mesurée entre les points A et B sur la photographie correspondant à l'inclinaison α_1

L_2 = distance mesurée entre les points A et B sur la photographie correspondant à l'inclinaison α_2

L'_1 = distance mesurée entre les points B et C sur la photographie correspondant à l'inclinaison α_1

L'_2 = distance mesurée entre les points B et C sur la photographie correspondant à l'inclinaison α_2

$$\alpha = \alpha_2 - \alpha_1$$

M = grandissement total des photographies par rapport à l'échantillon

On a alors pour βv :

$$\beta v = \text{Arc tg} \left(\frac{L_1 - L_2}{L_1 + L_2} \cotg \alpha/2 \right) - \text{Arc tg} \left(\frac{L'_1 - L'_2}{L'_1 + L'_2} \cotg \alpha/2 \right) \quad (\text{I2})$$

et pour $h v$:

$$h v = h \frac{\sin \beta v}{\sin (\beta v + \emptyset)} \quad (\text{I3})$$

Notons que dans la relation (I3) le terme $\frac{\sin \beta v}{\sin (\beta v + \emptyset)}$ s'introduit du fait que nous recherchons la dénivellation perpendiculairement à la surface de l'échantillon ($h v$) et non parallèlement au faisceau incident (h).

De même dans la relation (I2) le terme

$\text{Arc tg} \frac{L'_1 - L'_2}{L'_1 + L'_2} \cotg \alpha/2$ égal à \emptyset est dû au fait que l'angle recherché βv est relatif à la surface de l'échantillon.

Notons enfin que si la surface de l'échantillon est perpendiculaire au faisceau incident lorsque l'inclinaison lue est nulle, l'angle \emptyset est égal à $\frac{\alpha_1 + \alpha_2}{2}$.

Pour l'exemple proposé à la figure 10 les valeurs sont les suivantes :

$$\beta = 46^\circ 30' \pm 30'$$

$$\beta v = 3^\circ \pm 1^\circ$$

$$\emptyset = 49^\circ 30' \pm 30'$$

$$h v = 0,20\mu \pm 0,02\mu$$

CHAPITRE II

R E S U L T A T S

II. RESULTATS

1. MICROSCOPIE INTERFERENTIELLE

Les échantillons étudiés sont des cristaux d'hématite naturels. L'origine de chaque cristal ainsi que les conditions d'attaque auxquelles il a été soumis sont indiquées au tableau II.

Cristal	Origine	Agent attaquant	Temps d'attaque
H1	Brésil	HCL 6N bouillant	40 minutes
H2	Brésil	HCL 6N bouillant	30 minutes
H3	Ile d'Elbe	HCL 6N bouillant	45 minutes
H4	Ile d'Elbe	H3PO4 30N bouillant	2 minutes

Tableau II : Origine des échantillons et conditions d'attaque appliquées.

Les figures 12 à 15 montrent l'aspect des figures d'attaque sur les faces $\{01.2\}$ en microscopie ordinaire et en microscopie interférentielle pour les différents échantillons. Les angles que nous utilisons pour caractériser la forme d'une figure sont définis à la figure 16.



a)

20 μ 

b)

20 μ

Fig. 12 : Echantillon H1 a) micrographie interférentielle

b) micrographie optique



a)

20 μ 

b)

20 μ

Fig. 13 : Echantillon H2 a) micrographie interférentielle

b) micrographie optique

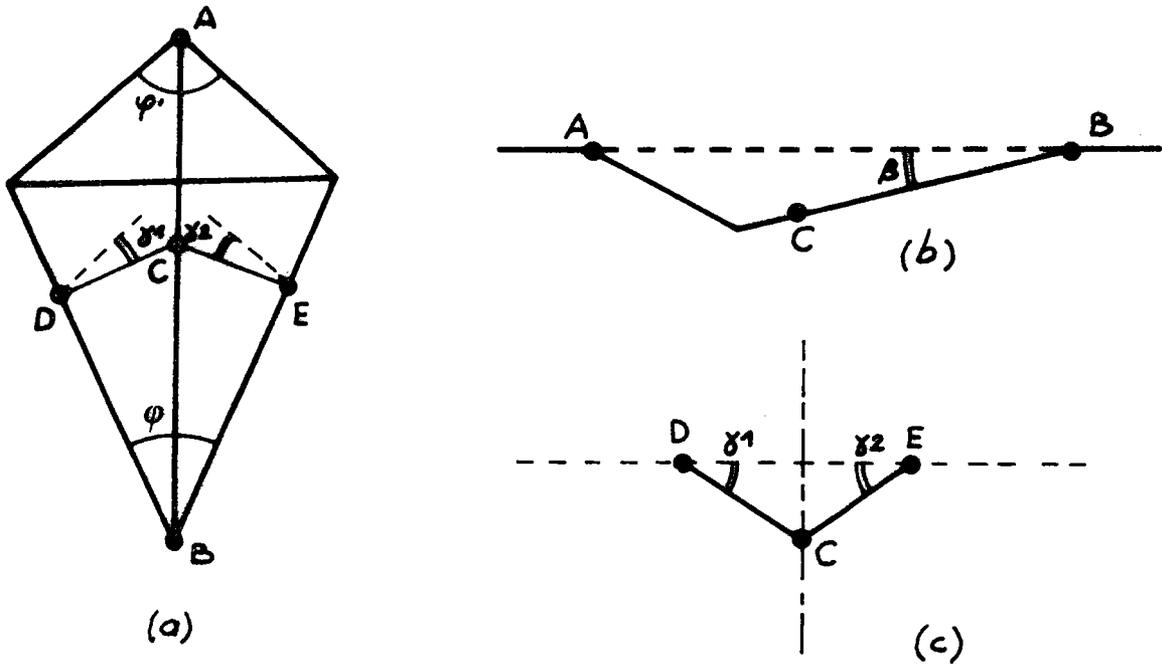


Figure 16 : (a) figure d'attaque dans (01.2)
 (b) coupe perpendiculairement à (01.2)
 (c) coupe perpendiculairement à (01.2)
 rabattue dans le plan du dessin

L'observation microscopique simple permet déjà de mettre en évidence des points communs et de notables différences entre les figures obtenues sur ces cristaux.

Les points communs sont :

- les tailles des figures sont du même ordre de grandeur.
- les figures reflètent toujours la symétrie due à la trace du miroir dans (01.2).

Les différences portent sur les points suivants :

- l'angle d'ouverture φ est de l'ordre de 50° pour H1 et H2, de 30° pour H3, de 50° pour H4 si l'on convient de ne considérer que la partie rectiligne à la pointe de la figure ;
- les arêtes qui limitent la figure à l'avant ne sont rectilignes que pour l'attaque avec HCl bouillant ;
- l'arrière de la figure tend généralement à présenter un angle φ' de 90° mais est plus ou moins bien défini (forme plus ou moins arrondie).

Les pentes des facettes avant caractérisées par $\text{tg}\gamma_1$ et $\text{tg}\gamma_2$ ont été mesurées au microscope interférentiel pour une quarantaine de figures sur chaque cristal. Pour chaque figure les angles γ_1 et γ_2 déterminés représentent des valeurs moyennes ; ils sont en effet calculés pour une dénivellation correspondant à plusieurs interfranges, ces interfranges n'étant pas nécessairement exactement égaux. Autrement dit, une figure d'attaque est limitée par des facettes qui ne sont pas tout à fait planes et les angles γ_1 et γ_2 représentent une valeur moyenne de l'inclinaison de ces facettes par rapport à la surface du cristal. La précision pour $\text{tg}\gamma_1$ et $\text{tg}\gamma_2$ est de 8 % (un angle de $11^\circ 30'$ par exemple est donc déterminé à $50'$ près).

Les résultats sous forme d'histogrammes sont présentés à la figure 17. N est le nombre de valeurs mesurées dans un intervalle de $30'$. Ces histogrammes sont

sensiblement centrés autour de γ_1 moyen et γ_2 moyen qui sont les moyennes arithmétiques calculées dans chaque cas. Pour chaque échantillon les répartitions des valeurs de γ_1 et γ_2 sont analogues, marquant la symétrie due au miroir perpendiculaire à (01.2). Par contre γ_1 moyen et γ_2 moyen diffèrent suivant l'origine et le mode d'attaque du cristal. La plus grande largeur de répartition pour l'échantillon H4 attaqué à l'acide phosphorique est due au fait que les facettes "s'arrondissent", la pente variant alors le long de cet arrondi.

Pas plus que les observations bidimensionnelles, ces résultats ne mettent en évidence de façon directe de grandeur commune à toutes les figures.

Il faut cependant noter que plus l'angle d'ouverture φ est grand, plus les pentes $\text{tg } \gamma_1$ et $\text{tg } \gamma_2$ mesurées sont faibles.

Ceci nous a conduit à préciser le lien entre les angles γ_1, γ_2 et φ . Pour cela la pente $\text{tg } \beta$ de l'arête à la jonction des facettes avant (cf figure 16) a été mesurée pour les figures d'attaque déjà étudiées. La répartition des valeurs obtenues pour β est indiquée à la figure 18 pour les échantillons H_1 à H_4 . (L'incertitude sur β est d'environ 20').

β moyen indique la moyenne arithmétique des valeurs mesurées pour un échantillon. On constate cette fois que β moyen est sensiblement constant pour les quatre

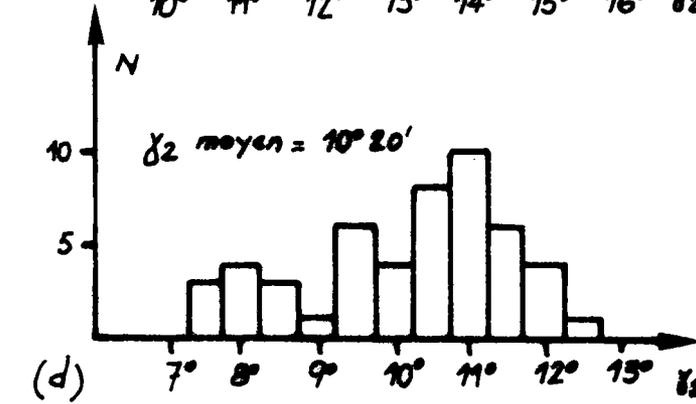
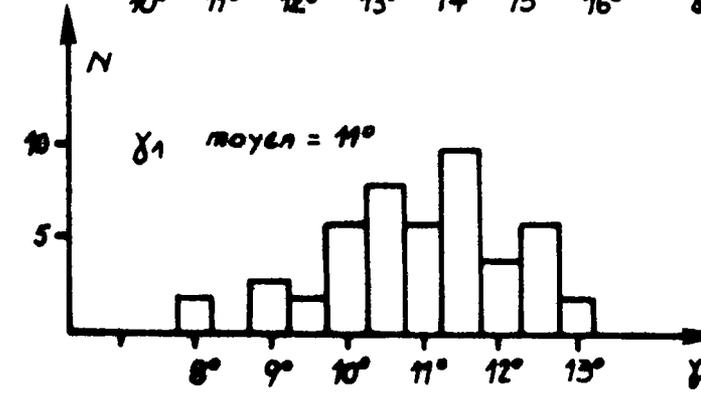
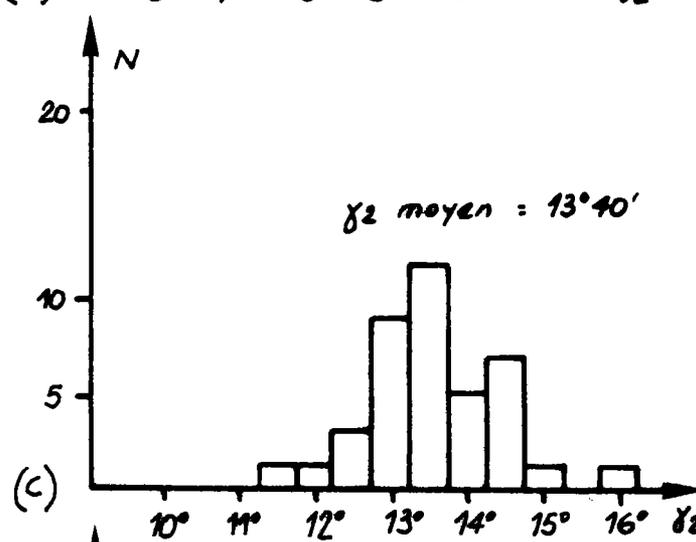
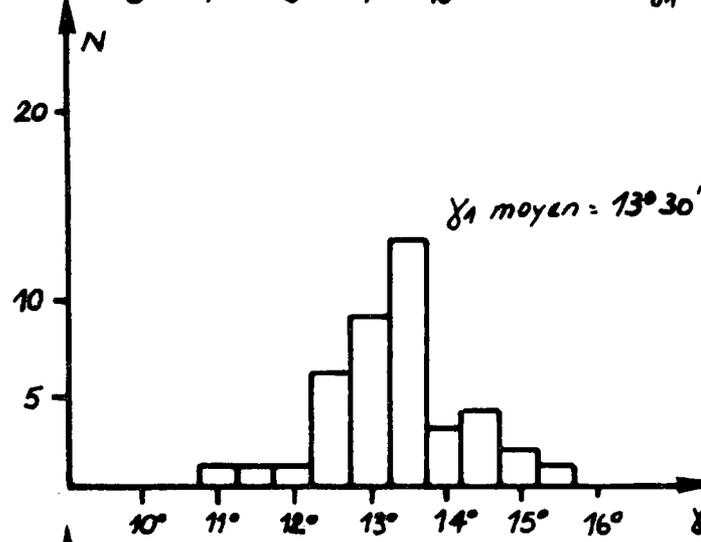
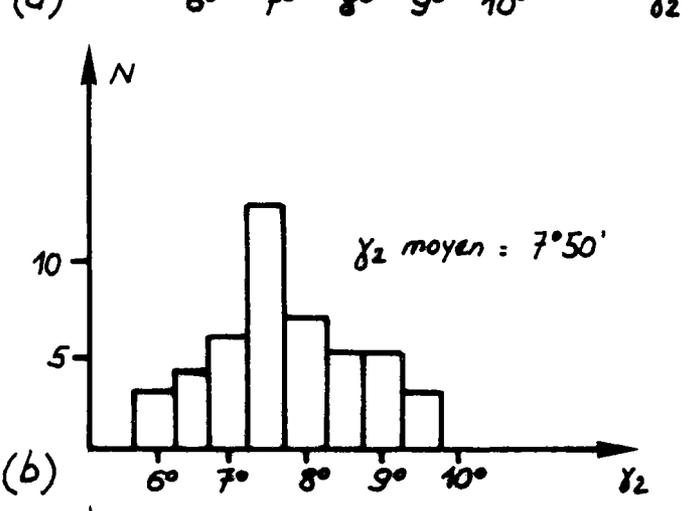
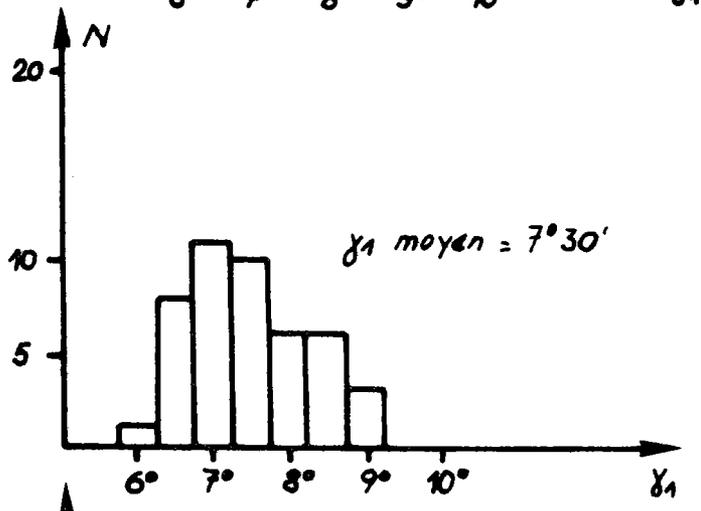
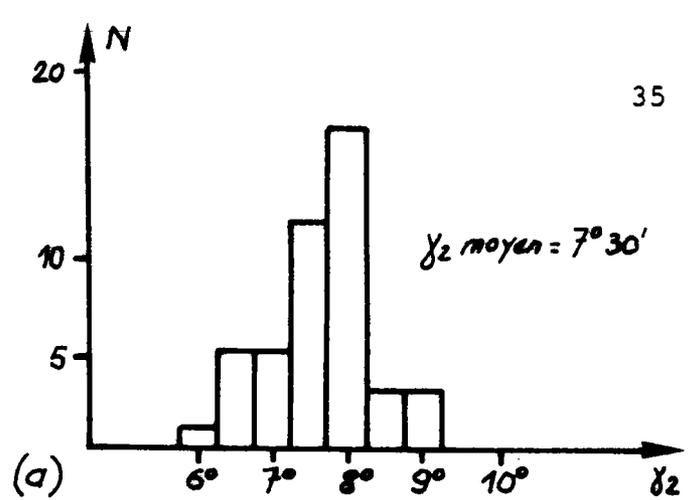
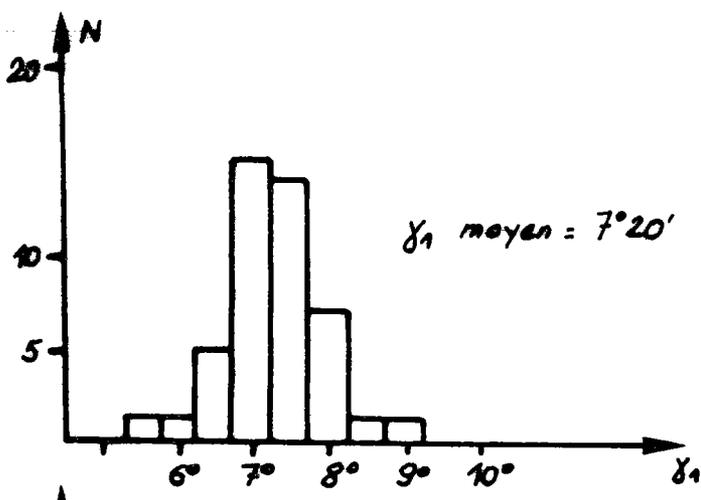
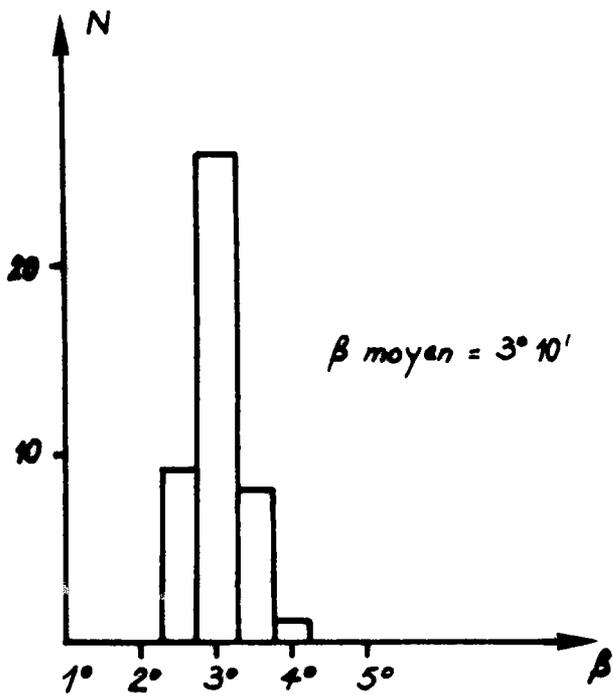
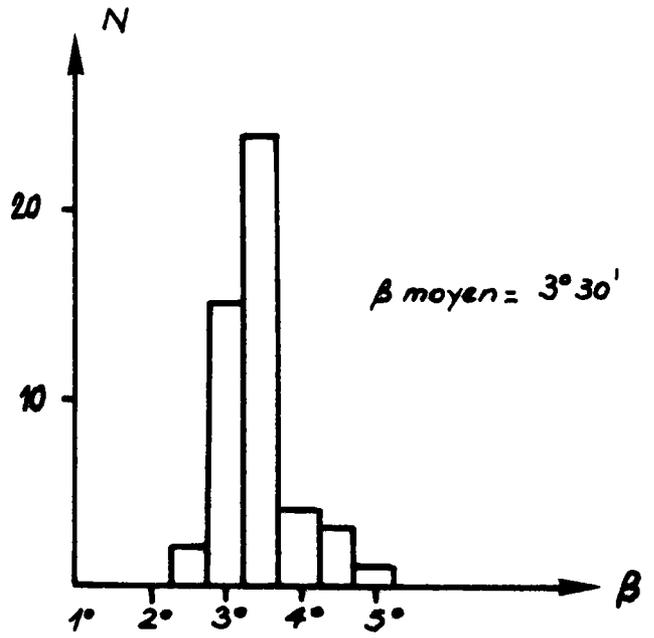


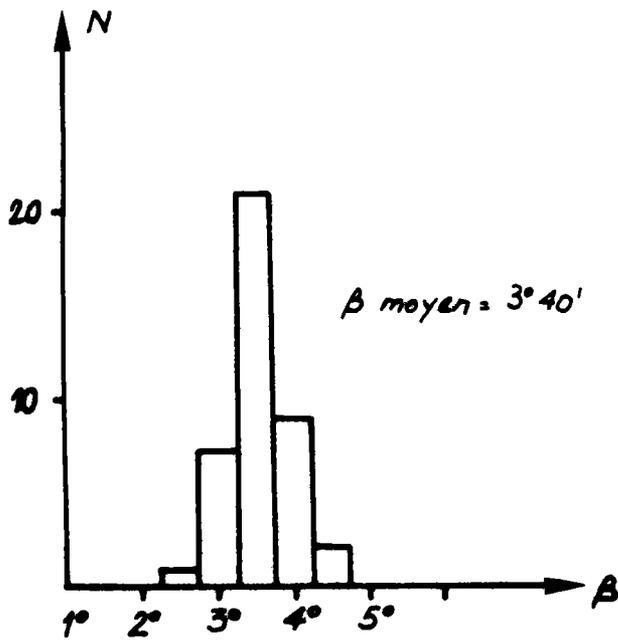
fig 17 : Répartition des valeurs des angles γ_1 et γ_2 (a) échantillon H1
 (b) échantillon H2 (c) échantillon H3 (d) échantillon H4



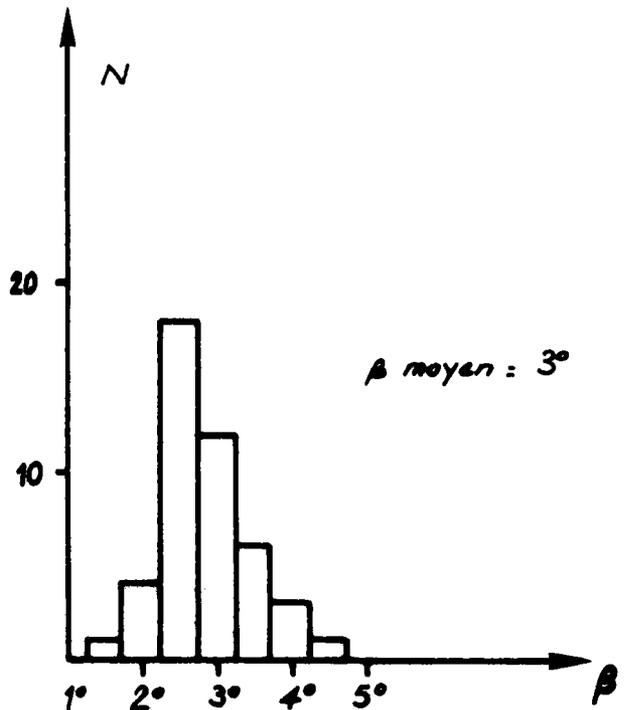
(a)



(b)



(c)



(d)

fig 18 : Répartition des valeurs de l'angle β pour (a) échantillon H1
 (b) échantillon H2 (c) échantillon H3 (d) échantillon H4.

échantillons et de l'ordre de $3^{\circ}20'$. En tenant compte de la géométrie de la figure d'attaque on montre sans peine que $\text{tg } \beta = \text{tg } \gamma_i \sin \varphi/2$ avec $i = 1$ ou 2 .

Nous voyons donc que la forme d'une figure d'attaque à l'avant peut être caractérisée par deux angles β et φ . La compréhension du mécanisme de formation passe donc par l'interprétation des valeurs de ces deux angles. L'angle φ est variable et tel que les arêtes de la figure soient denses [17]. L'angle β semble indépendant de l'origine du cristal et en partie de l'agent attaquant. Il ne correspond pas à une arête dense.

Avant d'essayer d'interpréter ce résultat, il nous paraît intéressant de recueillir des informations supplémentaires en étudiant la valeur de β en fonction du temps d'attaque.

2. MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE

Deux échantillons monocristallins d'hématite H5 et H6 ayant pour origine respectivement le Brésil et l'Ile d'Elbe ont été utilisés pour étudier l'évolution au cours du temps des figures d'attaque au microscope électronique à balayage. Pour chaque échantillon quelques figures d'attaque ont été repérées sur les faces $\{01.2\}$. L'attaque a été faite avec HCl 6N bouillant.

Des paramètres caractérisant la forme de chacune de ces figures sont déterminés à différents temps d'attaque. Ces paramètres sont les angles β et φ , la profondeur maximale h et la distance projetée L du centre de la figure à la pointe (figure 19).

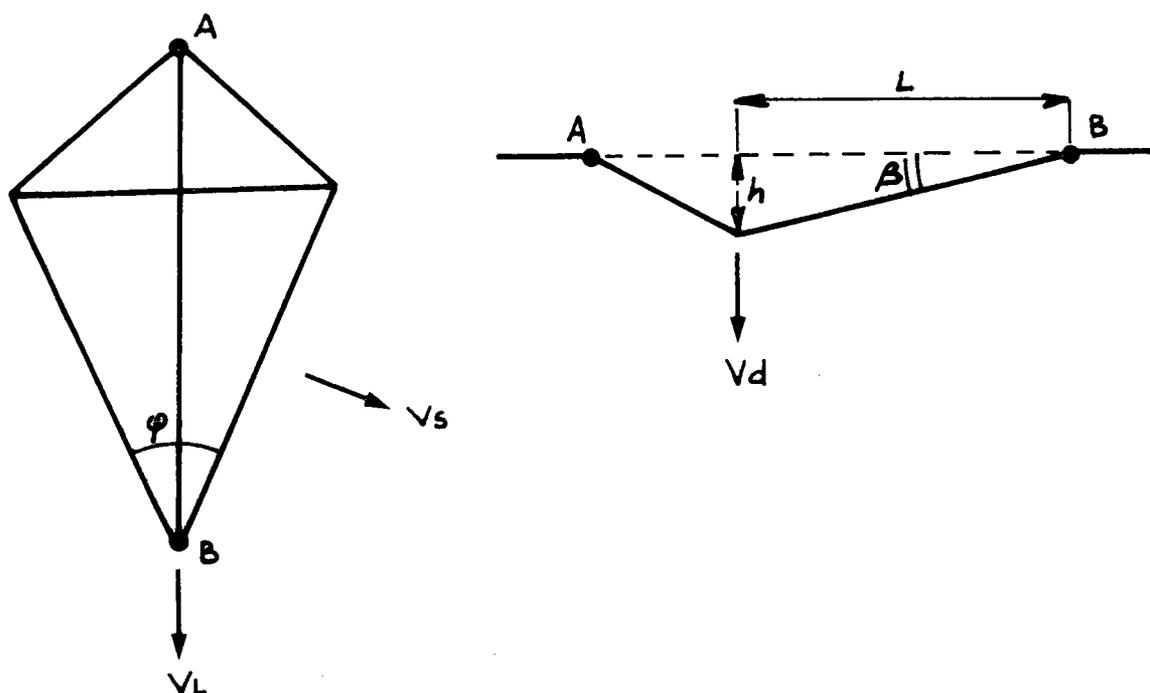


Figure 19 : Paramètres de forme et vitesses déterminés lors de l'évolution des figures d'attaque.

Les vitesses de progression de l'attaque, en profondeur V_d , à la pointe V_L et latéralement V_s sont ensuite calculées. Les résultats sont indiqués aux figures 20 à 26 qui montrent la variation avec le temps d'attaque des quatre grandeurs β , φ , h et L pour chaque figure d'attaque repérée. L'intervalle de temps sur lequel s'échelonnent les mesures est déterminé par les conditions suivantes :

- le temps initial pour lequel se font les premières mesures est choisi tel que le relief de la figure d'attaque soit suffisant pour fournir un bon contraste au microscope électronique à balayage.

- après un certain temps les figures d'attaque s'interpénètrent et les grandeurs L et φ ne sont plus clairement définies. Nous choisissons le temps final de mesure juste avant l'apparition de ce phénomène. Sur la figure 20 les mesures de L et φ correspondant à $t = 14$ mn sont à rejeter à cause justement de cet effet, la figure d'attaque ayant été stoppée dans son développement par une autre figure d'attaque.

Les mesures pour h et L semblent indiquer que ces deux grandeurs varient linéairement avec le temps. La méthode des moindres carrés nous a permis de déterminer les équations des droites qui rendraient compte du phénomène et nous les avons représentées sur les figures 20 à 26. Les pentes de ces droites représentent donc les vitesses V_L et V_d .

Le coefficient de corrélation r a été calculé pour chaque droite et les valeurs obtenues sont très proches

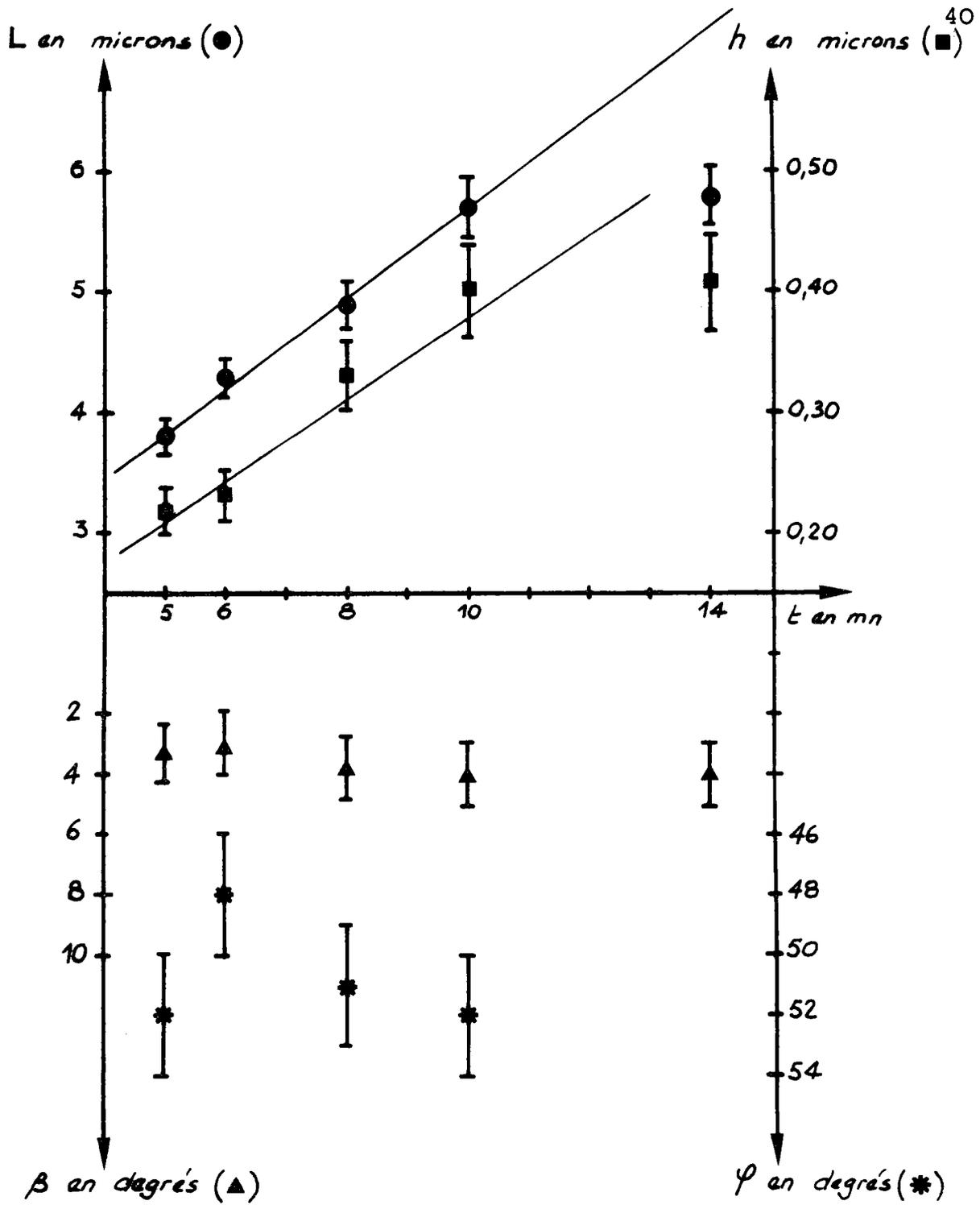


Figure 20 : Echantillon H5
figure d'attaque n° 1

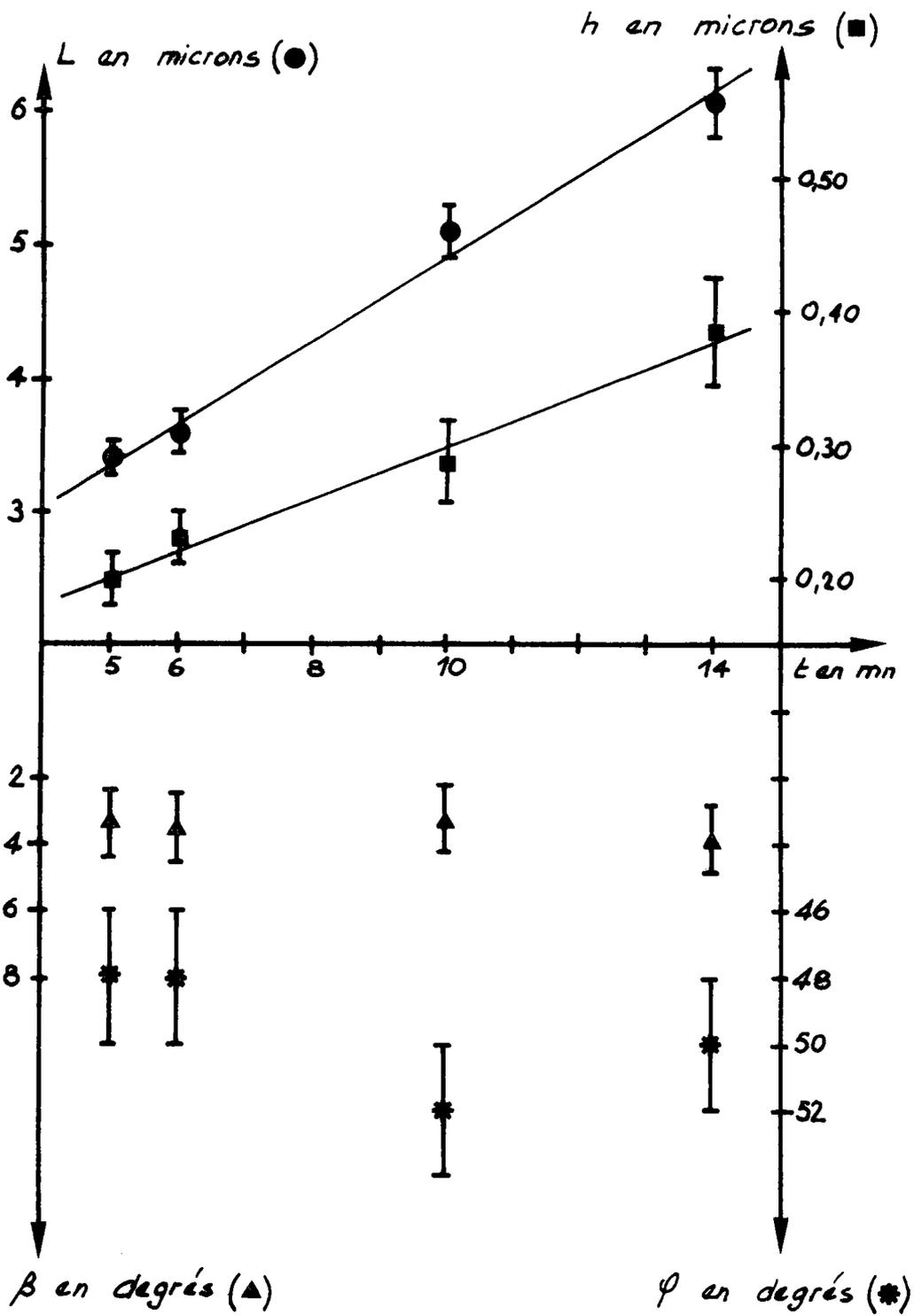


Figure 21 : Echantillon H5
figure d'attaque n° 2

L en microns (●)

h en microns (■)

42

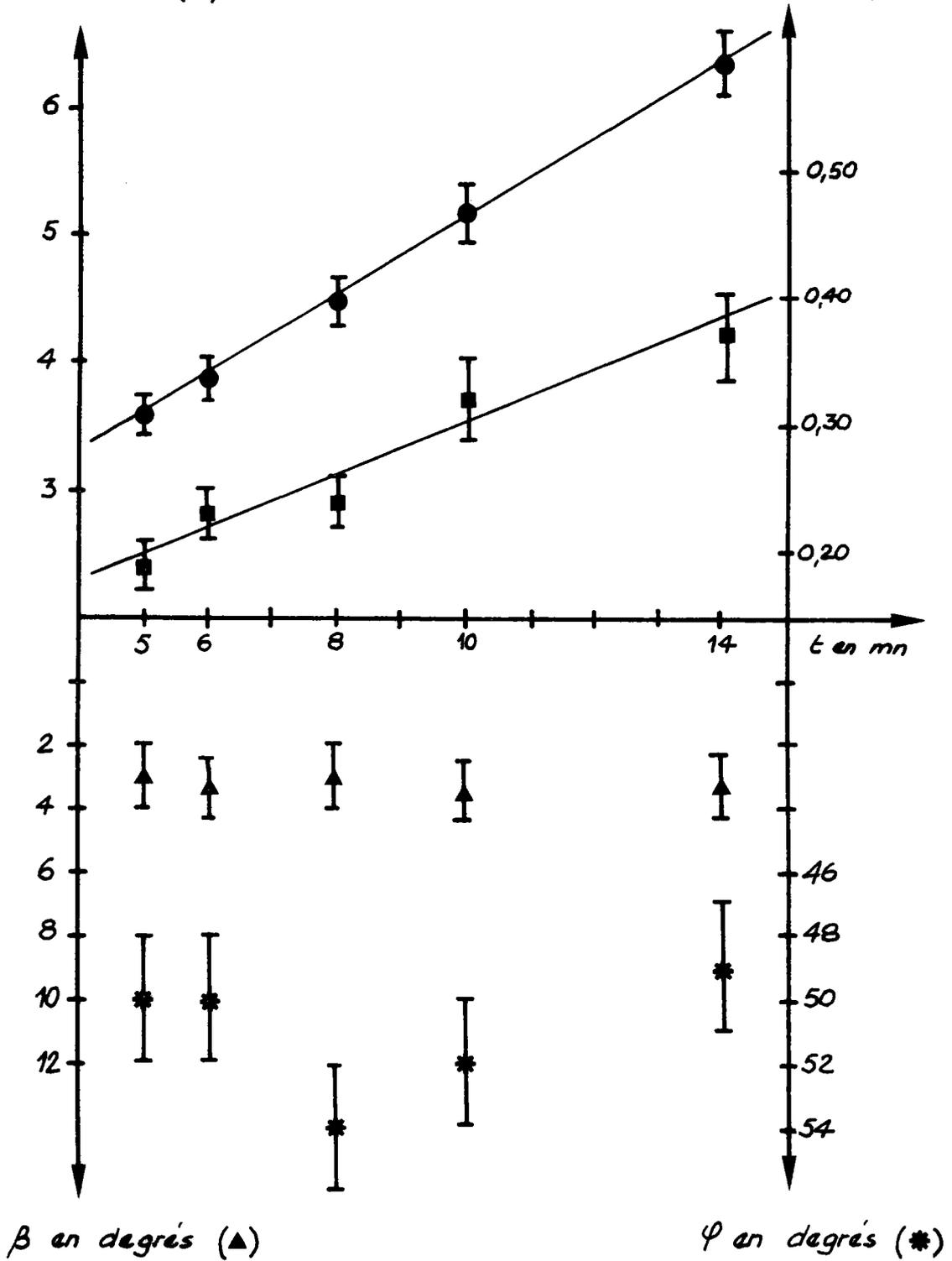


Figure 22 : Echantillon H5
figure d'attaque n° 3

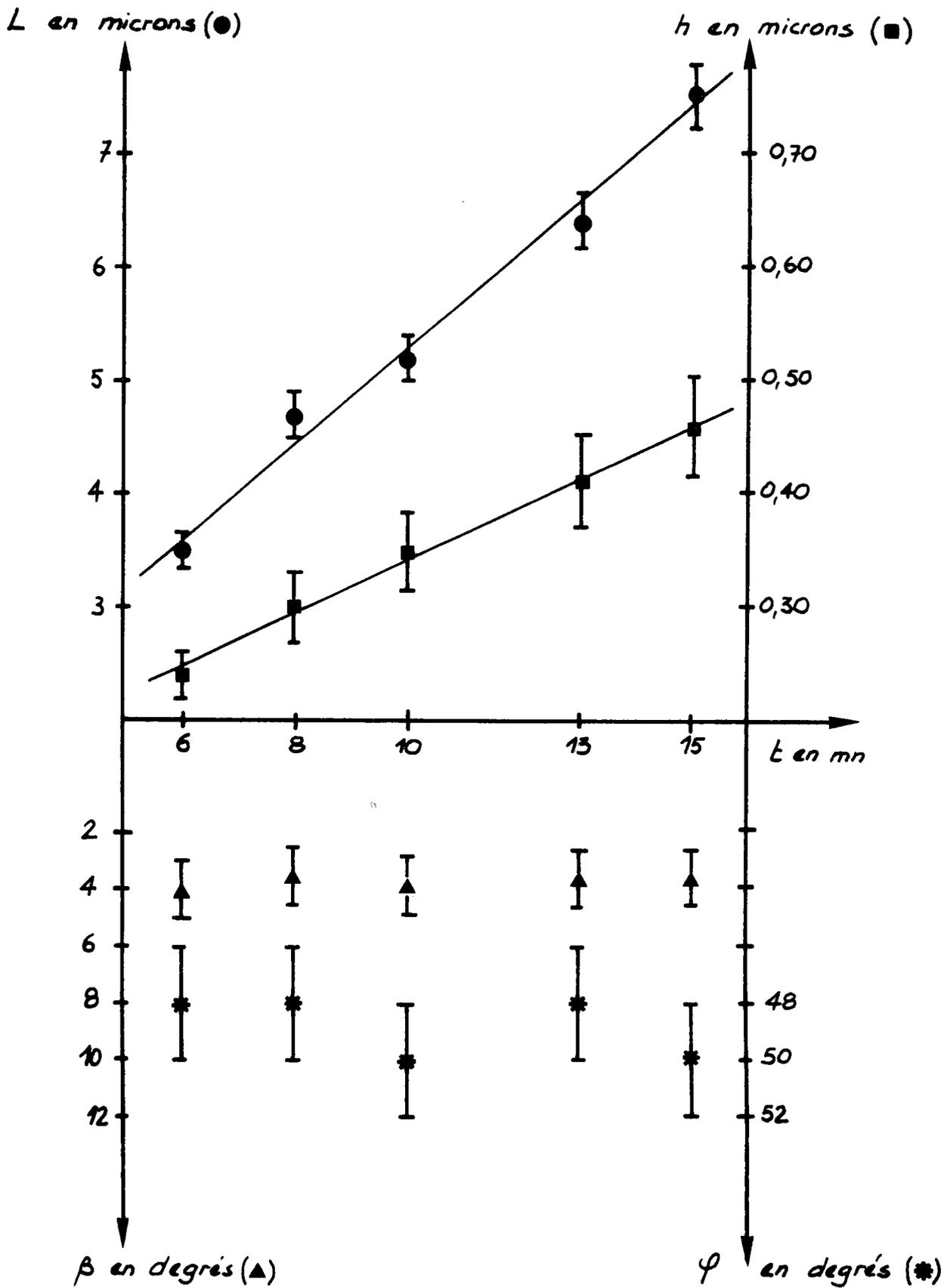


Figure 23 : Echantillon H6
figure d'attaque n° 1

L en microns (●)

h en microns (■) 44

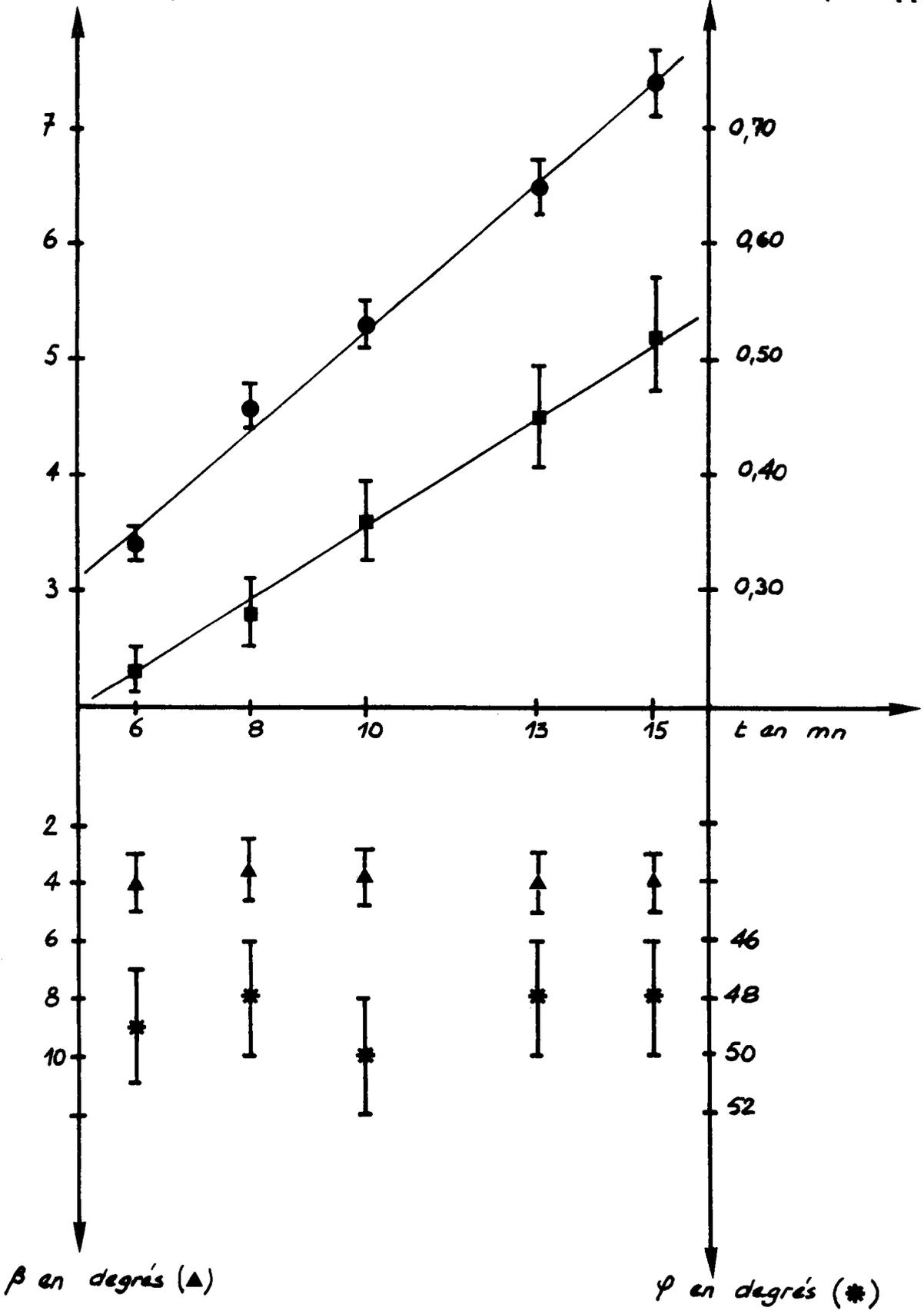


Figure 24 : Echantillon H6
figure d'attaque n° 2

L en microns (●)

h en microns (■) 45

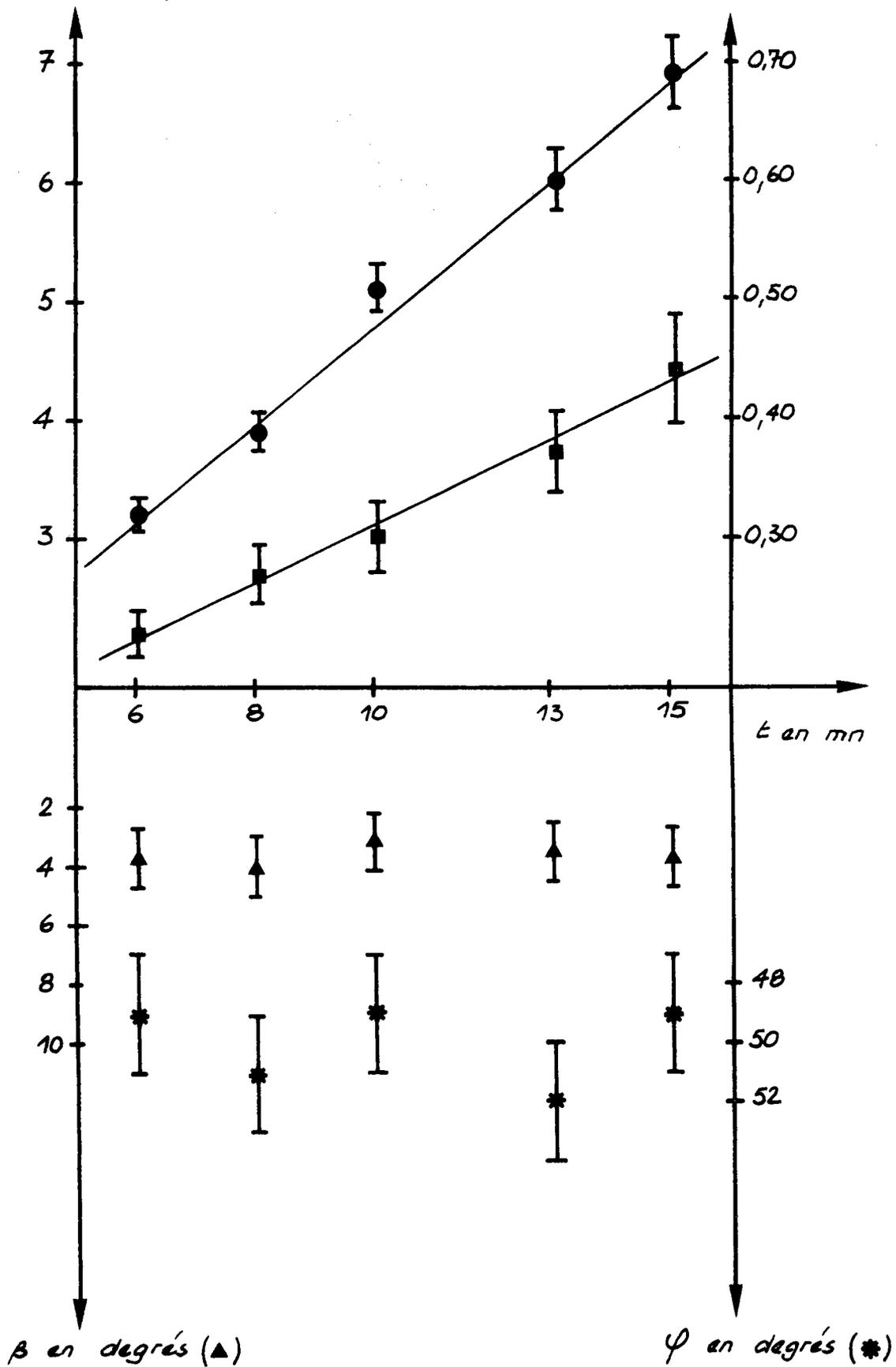


Figure 25 : Echantillon H6
figure d'attaque n° 3

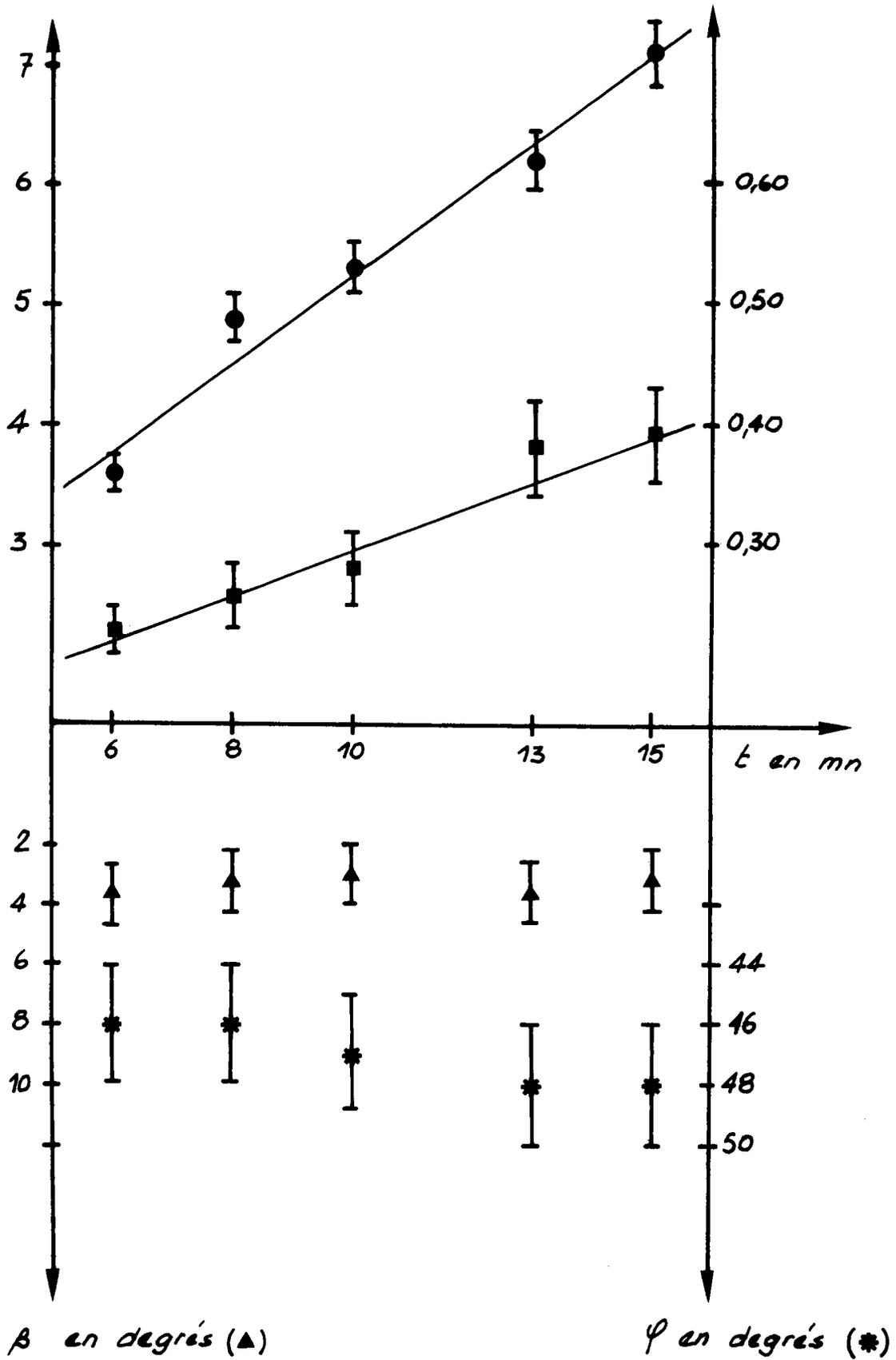


Figure 26 : Echantillon H6
figure d'attaque n° 4

de 1. Ceci confirme la validité d'une approximation linéaire du phénomène [18] .

Nous récapitulons au tableau III les valeurs des vitesses V_L et V_d obtenues pour chaque figure d'attaque et nous indiquons la valeur du coefficient de corrélation r calculé dans chaque cas.

Echantillon	n° figure d'attaque	V_L et V_d	r
H5	1	$V_L = 0,38 \mu/mn$	0,994
		$V_d = 0,034 \mu/mn$	0,976
H5	2	$V_L = 0,32 \mu/mn$	0,994
		$V_d = 0,019 \mu/mn$	0,995
H5	3	$V_L = 0,32 \mu/mn$	1,000
		$V_d = 0,020 \mu/mn$	0,974
H6	1	$V_L = 0,42 \mu/mn$	0,994
		$V_d = 0,024 \mu/mn$	0,997
H6	2	$V_L = 0,43 \mu/mn$	0,997
		$V_d = 0,033 \mu/mn$	0,998
H6	3	$V_L = 0,41 \mu/mn$	0,995
		$V_d = 0,023 \mu/mn$	0,993
H6	4	$V_L = 0,36 \mu/mn$	0,990
		$V_d = 0,019 \mu/mn$	0,976

Tableau III : Vitesses de progression de l'attaque.

Sur l'échantillon H5 nous avons vérifié pour une figure à "fond plat" (micrographies de la figure 27) que la profondeur restait constante au cours du temps et que les pentes des facettes qui bordent une telle figure étaient analogues à celles mesurées pour les figures d'attaque normales.

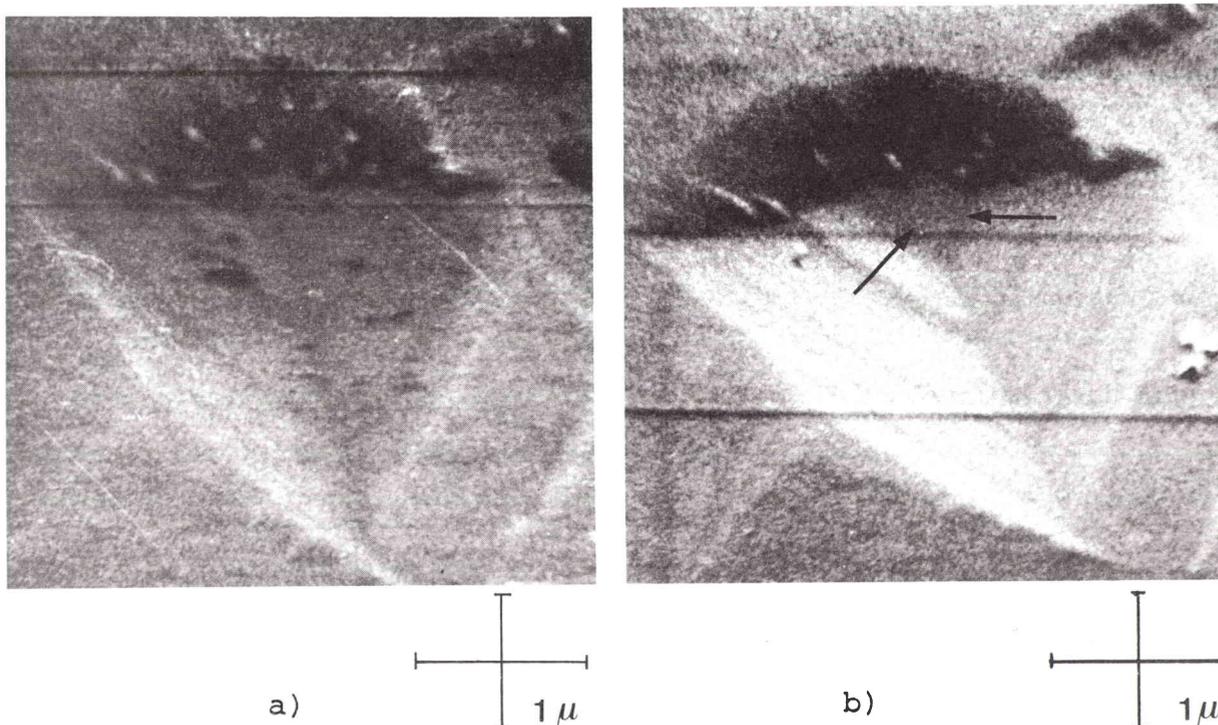


Figure 27 : Figure d'attaque à "fond plat" (les flèches indiquent le "fond plat")
 a) temps d'attaque : 5 mn
 b) temps d'attaque : 6 mn

En conclusion nous pouvons dire que pour les échantillons choisis et pour les intervalles de temps où l'évolution des figures a été observée :

i) les angles β et φ restent constants pour une figure d'attaque donnée. Il en va donc de même pour les pentes $\text{tg}\gamma_i$ d'une facette qui sont déterminées par la relation (III).
 $\text{tg}\beta = \text{tg}\gamma_i \sin\varphi/2$.

Les valeurs de β et φ sont du même ordre ($3^{\circ}30'$ et 50° respectivement) pour toutes les figures d'attaque des deux échantillons.

ii) les grandeurs L et h varient linéairement avec le temps d'attaque. On a donc $L = v_L t + L_0$

$$h = v_d t + h_0$$

Pour une figure d'attaque les vitesses de progression en profondeur et à la pointe v_d et v_L sont donc constantes. Il en est alors de même pour la vitesse latérale v_s si l'angle φ est constant ; on a en effet dans ce cas :

$$v_s = v_L \sin \varphi/2 .$$

Concernant ces résultats les points suivants sont à noter :

- les vitesses v_L et v_d mesurées pour l'échantillon H6 sont légèrement supérieures à celles mesurées pour H5 comme on le voit au tableau III. Ces deux échantillons provenant de sites différents (Brésil et Ile d'Elbe) il faut probablement regarder cette différence comme une conséquence de conditions de croissance différentes. Nous pensons tout particulièrement au rôle des impuretés sur les vitesses de dissolution ; ce rôle a été étudié entre autre par BATEL et DESAI qui ont montré que pour des cristaux de fluorure de calcium dopés à 0,1 % les vitesses de développement des figures d'attaque diminuaient avec le poids atomique de l'élément dopant [19] . Il n'est donc pas étonnant que des

vitesse différentes puissent être déterminées d'un échantillon à l'autre ou même d'une figure d'attaque à une autre.

- les valeurs finies de L et h au temps $t = 0$, c'est-à-dire L_0 et h_0 s'expliquent par le fait que les lois linéaires indiquées pour L et h ne sont plus valables aux premiers temps de l'attaque. En effet, quand débute l'attaque, le défaut qui initie la figure d'attaque peut avoir une certaine étendue ; il est de plus raisonnable de penser que l'évolution est alors très rapide à cause du désordre qui règne autour du défaut et qui permet un départ facile de molécules.

Après ce tout premier stade, l'évolution devient linéairement dépendante du temps comme nous l'avons trouvé. Ce stade d'évolution linéaire est parfois appelé "état régulier" (steady state) [20, 21].

CHAPITRE III

I N T E R P R E T A T I O N

III. INTERPRETATION

1. RAPPELS CRISTALLOGRAPHIQUES

L'hématite appartient au groupe spatial $R \bar{3}c[22]$.

Le réseau rhomboédrique est compatible avec un réseau hexagonal dont les paramètres sont :

$$\begin{aligned} a &= 5,0345 \text{ \AA} \\ c &= 13,749 \text{ \AA} \end{aligned} \quad [23]$$

Sauf indication contraire les indexations données sont relatives au réseau hexagonal.

Le groupe plan de symétrie de position de la face (01.2) est $p1g1$. Il n'y a donc à attendre pour les figures d'attaque sur cette face qu'une symétrie due au miroir g .

Nous indiquons à la figure 28 quelques directions cristallographiques dans le plan (01.2) et l'orientation d'une figure d'attaque. Le miroir perpendiculaire à la face (01.2) a pour indices $(2\bar{1}.0)$ et sa trace dans le plan (01.2) est $[0\bar{1}.1]$.

A la figure 29 la disposition des molécules dans deux plans $(2\bar{1}.0)$ voisins est indiquée. Seuls les ions fer sont représentés ; un trait plein entre deux ions fer signifie qu'ils appartiennent à la même molécule.

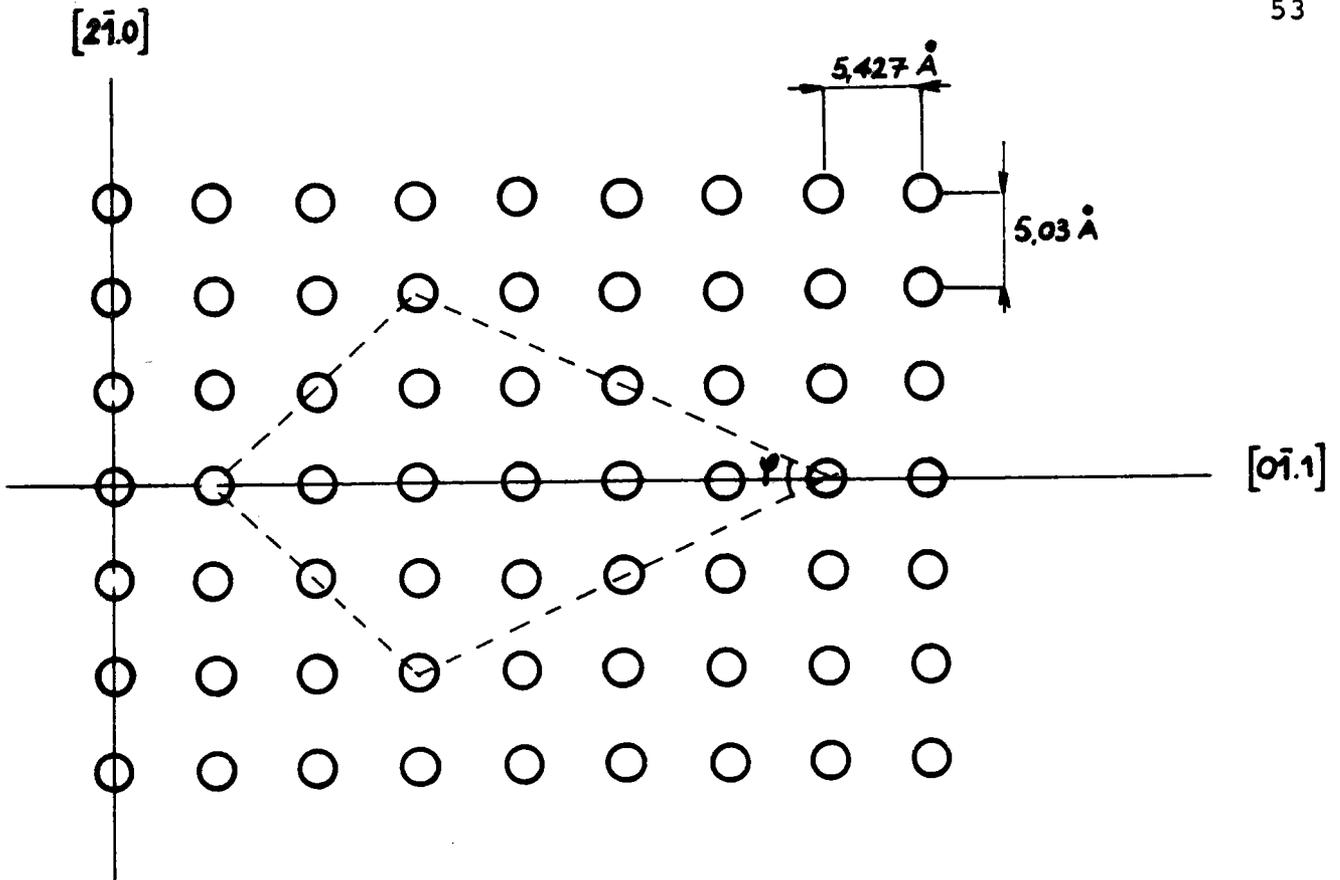


Figure 28 : Schéma d'une figure d'attaque dans le plan (01.2)

○ : noeud du réseau

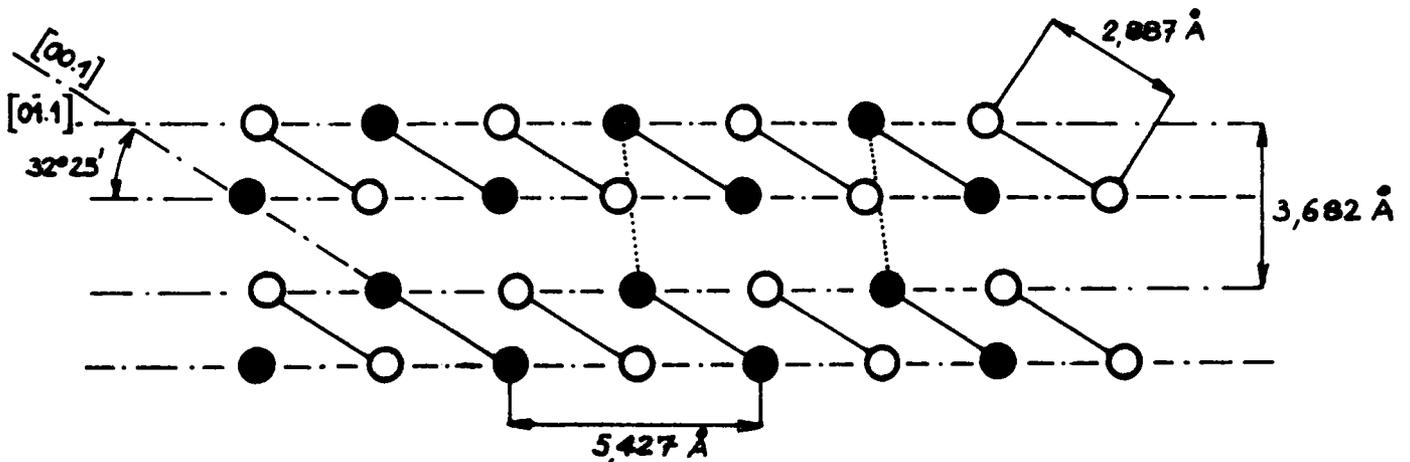


Figure 29 : Répartition des ions fer dans deux plans (21.0) voisins

● : ions fer du 1er plan (21.0) ○ : ions fer du plan (21.0) voisin

2. EVOLUTION DES FIGURES D'ATTAQUE

2.1 Théorie cinématique

Nous rappelons ici l'essentiel de la théorie cinématique de la dissolution et de la croissance des cristaux qui a été développée par F.C. FRANK [24,25] et précisée dans le cas des figures d'attaque par N. CABRERA [26]. Les résultats expérimentaux présentés au paragraphe II2 seront ensuite confrontés aux prévisions théoriques.

Le postulat de base de cette théorie est le suivant : la dissolution se fait par création et propagation de marches de hauteur atomique ou moléculaire.

Dans le cas d'une figure d'attaque la création de marches se fait autour du défaut qui initie la figure. Ces marches se propagent dans des directions cristallographiques bien définies tandis que le défaut continue à fonctionner comme source de marches.

Envisageons la propagation de marches à partir du défaut dans une direction et précisons la formulation mathématique du problème. Soit un repère orthogonal $Oxyz$ tel que le plan xOy coïncide avec la surface du cristal et la direction Ox avec la direction de propagation des marches. Le défaut supposé perpendiculaire à la face est situé suivant la droite d'équation $x = y = 0$.

Le profil de la figure d'attaque dans la direction Ox est représenté par l'équation $z = z(x, t)$.

La théorie cinématique a pour but la détermination de cette fonction $z(x, t)$. Deux grandeurs importantes sont liées aux dérivées partielles de cette fonction :

- le flux $v(x, t)$ (nombre de marches passant par un point pendant l'unité de temps) s'écrit : $v = - \frac{1}{a} \frac{\partial z}{\partial t}$

où a est la hauteur d'une marche

- la concentration $n(x, t)$ (nombre de marches par unité de longueur au voisinage d'un point) s'écrit :

$$n = \frac{1}{a} \frac{\partial z}{\partial x}$$

v et n doivent donc satisfaire à l'équation de conservation $\frac{\partial n}{\partial t} + \frac{\partial v}{\partial x} = 0$ (1) qui traduit le fait qu'en dehors du défaut il n'y a ni apparition ni disparition de marches. Il faut à présent préciser les deux processus de la dissolution : création et propagation des marches.

Dans la théorie cinématique, les hypothèses suivantes sont faites :

- i) le taux de formation de marches v_0 est constant pour des conditions d'attaque constantes (concentration de l'agent attaquant, température constante)

$$v_0 = \text{cste}$$

- ii) le flux de marches v dépend uniquement de leur concentration n

$$v = v(n)$$

Cette relation est appelée relation flux-concentration. N. CABRERA a proposé deux types de courbes notées

type I et type II traduisant cette relation flux-concentration (figure 30 d'après [26]) ; tous deux ont été confirmés expérimentalement [27].

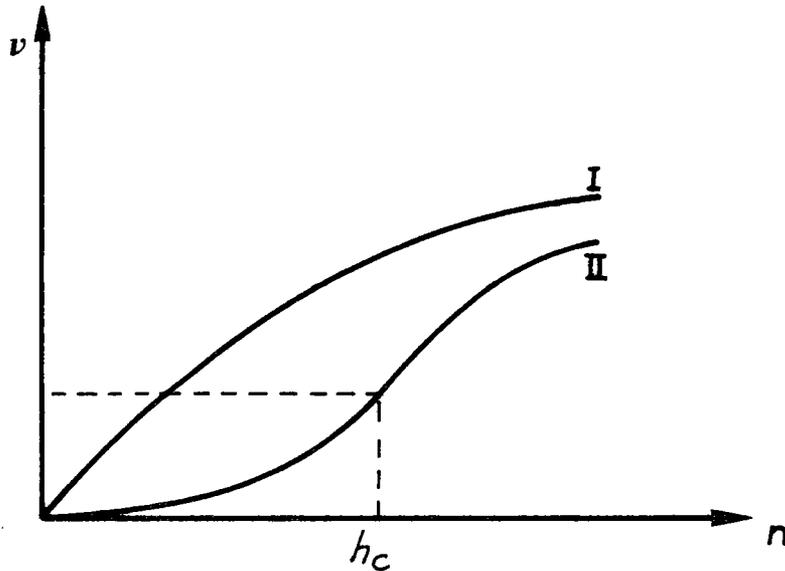


Figure 30 : Courbes flux-concentration

En utilisant l'hypothèse $v = v(n)$ l'équation (1) devient :

$$\frac{\partial n}{\partial t} + \frac{dv}{dn} \frac{\partial n}{\partial x} = 0 \quad \text{ou} \quad \frac{\partial n}{\partial t} + c(n) \frac{\partial n}{\partial x} = 0 \quad (2)$$

en posant $c(n) = \frac{dv}{dn}$

La solution de l'équation (2) est obtenue par une méthode de caractéristiques, c'est-à-dire par la recherche de solutions correspondant à une valeur de n donnée.

En effet, écrivons les différentielles totales exactes de $n = n(x,t)$ et $z = z(x,t)$ à $n = \text{cste}$:

$$dn = \frac{\partial n}{\partial x} dx + \frac{\partial n}{\partial t} dt = 0 \quad \text{soit} \quad \frac{\frac{\partial n}{\partial t}}{\frac{\partial n}{\partial x}} = - \frac{dx}{dt}$$

et en utilisant (2) : $\frac{dx}{dt} = c(n)$ (3)

d'autre part : $dz = \frac{\partial z}{\partial x} dx + \frac{\partial z}{\partial t} dt$
 $= an dx - a v dt$

soit en utilisant (3) : $\frac{dz}{dx} = - \frac{an}{c(n)}(v-c(n))$ (4)

avec $v = \frac{v}{n}$

Les deux quantités $\frac{dx}{dt}$ et $\frac{dz}{dx}$ sont donc constantes pour n donné. $c(n)$ est la vitesse de propagation d'un train de marches de densité n qui peut être comparé à une onde cinématique d'où le nom de cette théorie.

Le réseau de caractéristiques d'équations (3) et (4) est tracé respectivement dans les plans (x,t) et (z,x) . La pente $\frac{\partial z}{\partial x} = an$ et la dénivellation z peuvent alors être connues en tout point d'abscisse x à un temps t quelconque.

Un exemple de résolution correspondant à une courbe flux-concentration de type II est indiqué à la figure 31.

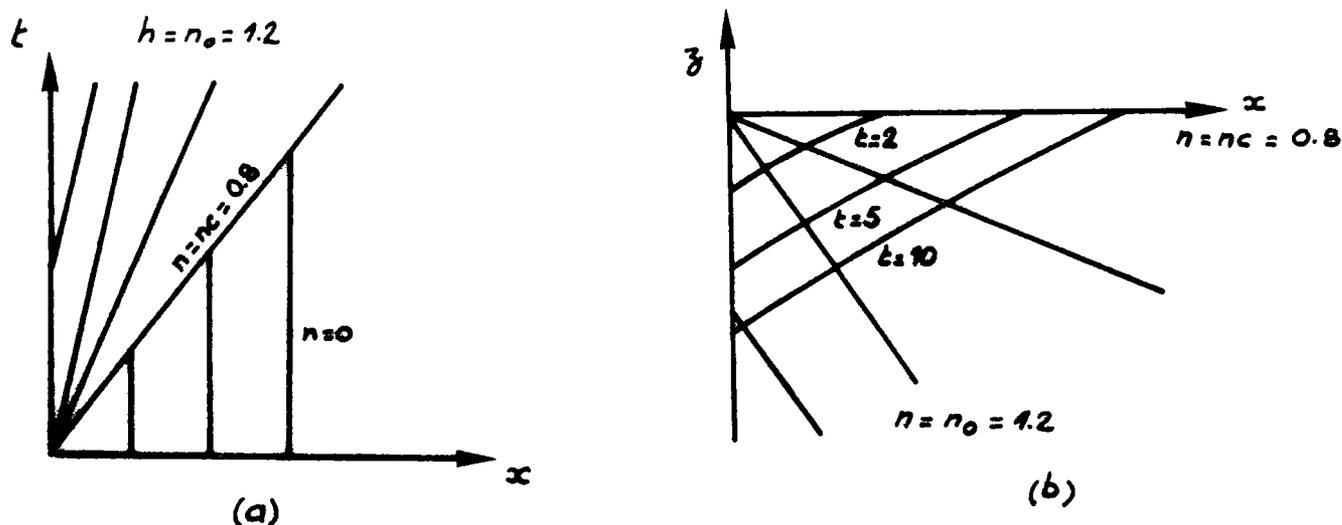


Figure 31 : (a) droites caractéristiques dans le plan (x, t)
 (b) droites caractéristiques dans le plan (z, x)
 et profils prévus en fonction du temps.

(d'après [26]).

Les points suivants sont à noter :

i) les conditions aux limites sont les suivantes :

$$\text{à } t = 0 \quad n(x, 0) = 0 \quad \text{pour } x > 0$$

$$\text{et à } x = 0 \quad v(0, t) = v_0 \quad \text{pour } t > 0$$

ii) la valeur minimale de n notée n_c correspond à la valeur de n qui annule l'équation (4). Physiquement cela signifie qu'il faut atteindre une concentration critique de marches n_c pour que les marches puissent se propager. La valeur de n notée n_0 est telle que :

$$v(n_0) = v_0$$

iii) une courbe flux-concentration de type I peut-être considérée comme le cas limite d'une courbe de type II où $n_c = 0$.

iv) la solution numérique du problème ne peut être obtenue que si la courbe $v = v(n)$ est connue. Lorsque ce n'est pas le cas la théorie cinématique permet seulement de prévoir l'allure du profil et son évolution au cours du temps.

En résumé, nous retiendrons les critères suivants comme nécessaires et suffisants pour que la théorie cinématique soit applicable :

- la vitesse de dissolution le long du défaut v_d est constante. Avec les notations précédentes on a donc :

$$v_d = a v_0 = \text{cste}$$

- la vitesse d'élargissement de la figure d'attaque v_s est constante. Nous avons vu en effet que le bord de

la figure d'attaque est formé d'un train de marches de concentration n_c qui se déplace donc avec une vitesse constante $c (n_c)$.

$$v_s = c (n_c) = \text{cste}$$

- le profil d'une facette d'une figure d'attaque doit correspondre à l'allure prévue par la théorie cinématique à savoir une pente constante au centre de la figure d'attaque décroissant ensuite lentement jusqu'à son bord comme cela est illustré à la figure 31. On peut définir pour la facette une pente moyenne égale à $\frac{v_d}{v_s}$ donc constante au cours du temps.

2.2 Comparaison des résultats expérimentaux et des prévisions théoriques.

Il nous faut à présent confronter les résultats expérimentaux aux critères d'applicabilité de la théorie cinématique que nous venons de définir.

a) Nous avons vu au paragraphe II2 que la vitesse en profondeur v_d au centre de la figure d'attaque perpendiculairement à la face {01.2} attaquée était constante. Ceci est en parfait accord avec la prévision d'une vitesse v_d constante le long du défaut qui initie la figure.

b) La deuxième prévision de la théorie concerne la vitesse d'élargissement v_s de la figure. Ici aussi il y a accord avec les résultats indiqués au paragraphe II2 où nous avons trouvé v_s constante.

c) Les pentes moyennes $tg\gamma_i$ mesurées pour les facettes restent sensiblement constantes au cours du temps. Nous les comparons au tableau IV au rapport $\frac{v_d}{v_s}$.

	$tg\gamma_i$	$\frac{v_d}{v_s}$
H5 fig. n° 1	0,146	0,201
fig. n° 2	0,126	0,135
fig. n° 3	0,135	0,138
H6 fig. n° 1	0,154	0,138
fig. n° 2	0,172	0,195
fig. n° 3	0,151	0,133
fig. n° 4	0,138	0,132

Tableau IV : Comparaison des pentes mesurées $tg\gamma_i$ et du rapport $\frac{v_d}{v_s}$

Sauf pour la figure n° 1 de l'échantillon H5 on peut considérer que la relation $\text{tg } \gamma_1 = \frac{v_d}{v_s}$ est vérifiée. L'écart enregistré pour la figure n° 1 de H5 est à attribuer à l'imprécision des mesures plutôt qu'à l'existence d'un phénomène particulier.

Enfin à partir de micrographies interférentielles nous avons relevé des profils. Deux exemples caractéristiques sont présentés à la figure 32 et s'avèrent conformes aux prévisions.

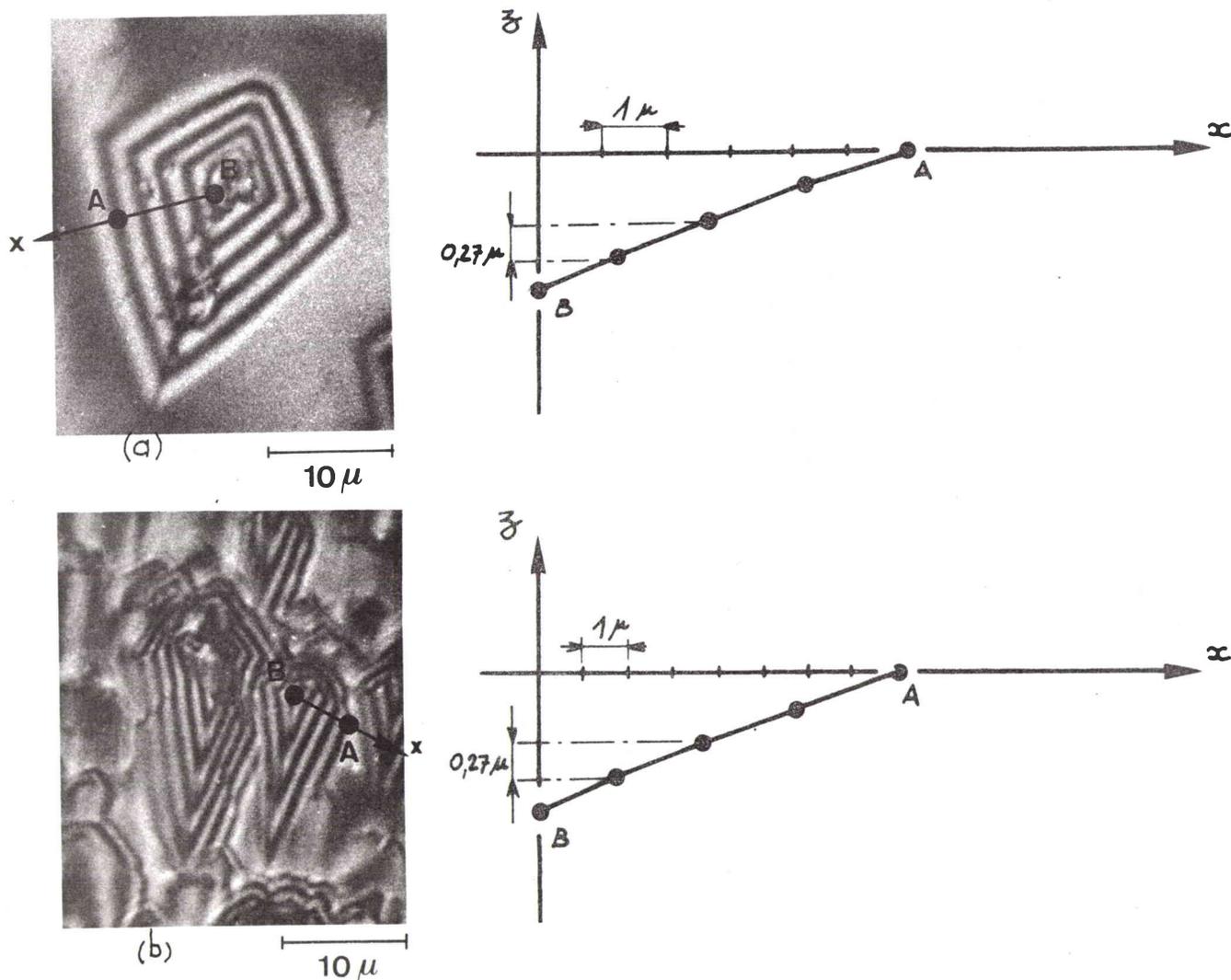


Figure 32 : Profils de figures d'attaque à partir de micrographies interférentielles
 (a) échantillon H1
 (b) échantillon H3

Il nous faut cependant signaler que pour des conditions d'attaque identiques à celles que nous avons appliquées, des changements de forme ont parfois été observés lors de l'évolution des figures d'attaque [17] . La théorie cinématique peut encore éventuellement être utilisée pour décrire l'évolution des figures avant ou après de tels changements de forme mais ne permet pas de les expliquer.

Il nous apparaît en tout cas que le modèle proposé par la théorie cinématique qui conduit à prévoir un développement sensiblement homothétique des figures d'attaque au cours du temps rend bien compte de nos propres observations.

3. PENTES DES FIGURES D'ATTAQUE

Les facteurs qui déterminent la forme d'une figure d'attaque peuvent être regroupés en trois catégories :

- facteurs liés au défaut où débute l'attaque et qui en assure la progression en profondeur ;
- facteurs liés aux conditions d'attaque ;
- facteurs liés à la structure du matériau.

Après avoir étudié l'évolution des pentes des figures d'attaque au cours du temps nous avons cherché à relier la dissolution et la structure du matériau (donc dans notre cas $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$) en tentant de répondre à la question : quels sont les facteurs liés à la structure de l'hématite qui déterminent les valeurs des pentes mesurées ? Il nous faut pour cela tenir compte de la diversité des résultats obtenus. L'étude expérimentale a en effet montré que les formes des figures d'attaque sur les faces {01.2} pouvaient être différentes suivant les échantillons, la différence se traduisant essentiellement par des valeurs différentes de l'angle d'ouverture φ et des pentes $\text{tg}\gamma_1$ ($i = 1$ ou 2). Seule la pente $\text{tg}\beta$ mesurée dans le plan du miroir semblait constante pour toutes les figures. Ayant admis avec la théorie cinématique qu'une facette est formée de micro-marches, nous avons donc pensé qu'à chaque forme de figure d'attaque correspond un système de marches particulier et nous avons cherché à indexer les micro-faces qui limitent ces marches.

3.1 Indexation des micro-faces

Les deux micro-faces qui limitent une marche sont appelées base et contre-marche. La base est dans tous les cas une micro-face de type $\{01.2\}$. Ceci est particulièrement mis en évidence par le fait que lorsque le défaut n'a pas de continuité dans le cristal (ou lorsqu'il disparaît) la figure d'attaque montre un fond plat parallèle à la face $\{01.2\}$ attaquée (figure 33).

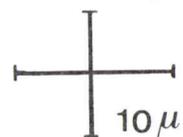


Figure 33 : Figures d'attaques à "fond plat" (M.E.B.)

L'indexation de la contre marche a été faite à partir des considérations suivantes :

1) l'arête notée A_1 qui limite un côté de la figure d'attaque dans la face (01.2) et qui peut être repérée

par rapport à la trace du miroir par l'angle $\varphi/2$ appartient à la contre-marche (figure 34).

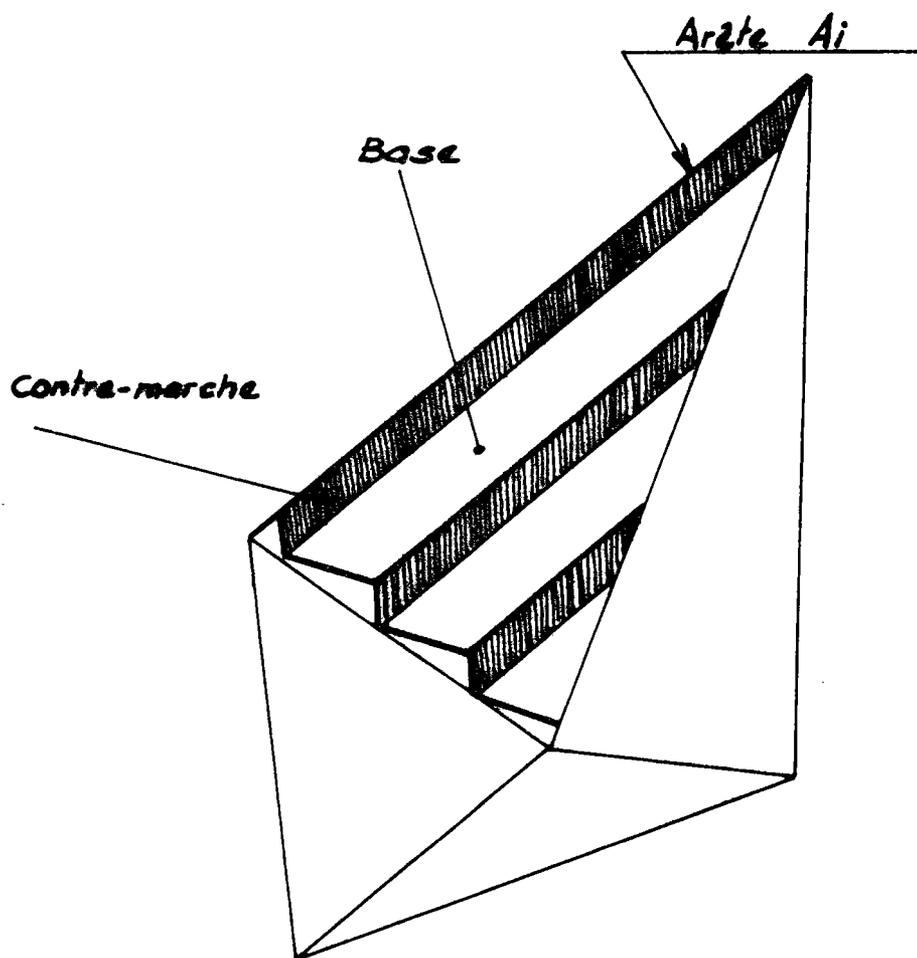


Figure 34 : Représentation schématique des marches limitant une des facettes d'une figure d'attaque.

Si cette arête A_i a des indices $[uv.w]$ connus nous avons une première donnée pour l'indexation de la contre-marche. Or les travaux de BALTZINGER ont montré que la répartition

statistique des valeurs de l'angle φ fait apparaître des pics correspondant aux différentes formes de figures d'attaque sur {01.2} ; chaque valeur de φ à un pic est telle que l'arête A_i soit dense [17] . Pour chaque forme de figure d'attaque nous connaissons donc les indices [uv.w] de l'arête A_i appartenant à la contre-marche.

ii) la contre-marche est de type {hk.0} . Il nous faut en effet respecter l'hypothèse de la théorie cinématique de marches de hauteur moléculaire. Imaginons pour cela que le long de l'arête A_i déterminée précédemment nous enlevions une rangée de molécules : la disposition des molécules est telle que la contre-marche qui apparaît soit de type {hk.0} et de hauteur $c/2$. De plus le fait que la contre marche soit de type {hk.0} est en parfait accord avec l'hypothèse déjà avancée d'un départ par molécules entières lors de l'attaque de $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$ par l'acide chlorhydrique [5] . Notons enfin que la présence de marches (en particulier de hauteur $c/2$) sur les faces (00.1) a été observée et a permis l'élaboration d'un modèle de croissance par couches de l'hématite [1] .

Nous indiquons au tableau V pour chaque forme de figure les indices de l'arête A_i et les indexations des marches déterminées d'après les conditions précédentes dans le système hexagonal (Hx) et le système rhomboédrique (Rh) .

φ	Arête Ai		Micro - marches			
	Hx	Rh	Base		Contre-marches	
			Hx	Rh	Hx	Rh
34°	$\langle \bar{2}\bar{2}.3 \rangle$	$\langle \bar{1}13 \rangle$	{01.2}	{110}	{1 $\bar{1}$.0}	{1 $\bar{2}$ 1}
50°	$\langle 2\bar{3}.2 \rangle$	$\langle 1\bar{1}2 \rangle$	{01.2}	{110}	{41.0}	{3 $\bar{1}\bar{2}$ }
58°	$\langle 6\bar{8}.5 \rangle$	$\langle 3\bar{3}5 \rangle$	{01.2}	{110}	{52.0}	{4 $\bar{1}\bar{3}$ }
63°	$\langle 4\bar{5}.3 \rangle$	$\langle 2\bar{2}3 \rangle$	{01.2}	{110}	{21.0}	{5 $\bar{1}\bar{4}$ }

Tableau V : Indices de la base et de la contre marche pour chaque forme de figure d'attaque.

Trois des quatre formes indiquées au tableau V ont effectivement été observées sur nos échantillons. Seule la forme correspondant à $\varphi = 63^\circ$ n'a pas été observée ; en appliquant les raisonnements indiqués précédemment nous avons également pu proposer un système de micro-marches.

3.2 Constance de l'angle β

Nous allons voir que la connaissance des indices des micro-faces indiquées au tableau V nous permet d'expliquer l'un des résultats expérimentaux obtenus au paragraphe III1 : la constance de la pente $\text{tg}\beta$ pour toutes les formes de figures d'attaque.

En effet, si les facettes qui limitent une figure d'attaque ne sont pas des plans cristallographiques bien définis mais une succession de micro-marches, il en résulte que les arêtes à la jonction de ces facettes ne sont pas des directions cristallographiques bien définies mais une succession d'arêtes en escalier. Avec les indexations proposées au tableau V l'arête avant d'une figure d'attaque dans le plan $(2\bar{1}.0)$ est formée d'une succession d'arêtes $[00.1]$ et $[0\bar{1}.1]$ quel que soit l'angle φ . Ceci rend donc bien compte du fait que dans le miroir $(2\bar{1}.0)$ nous avons mesuré une pente $\text{tg}\beta$ constante quel que soit l'angle φ puisque les différents types de marches envisagés amènent toujours la même configuration cristallographique dans le miroir. Elle ne nous permet pas cependant d'expliquer la valeur de la pente $\text{tg}\beta$ et par conséquent des pentes $\text{tg}\gamma_1$ liées à $\text{tg}\beta$ par la relation (III) $\text{tg}\beta = \text{tg}\gamma_1 \sin \varphi/2$.

3.3 Dissolution et densités réticulaires des microfaces

Nous avons cherché à interpréter les valeurs des pentes mesurées $\text{tg}\gamma_1$ et $\text{tg}\gamma_2$ en utilisant les indexations des micro-marches du tableau V. Pour cela, nous avons calculé les densités des microfaces limitant ces marches et avons comparé leur rapport aux pentes mesurées. Au tableau VI nous indiquons pour les différentes formes de figures (différents angles φ) le rapport $\frac{d_1}{d_2}$ des densités réticulaires des deux microfaces que nous avons appelées contre-marche et base, la pente moyenne $\text{tg}\gamma_1$ mesurée pour

les facettes formées par ces marches ainsi que le rapport

$$K = \frac{tg\gamma_1}{d_1/d_2} .$$

φ	$\frac{d_1}{d_2} = \frac{\text{densité de la contre-marche}}{\text{densité de la base}}$	$tg\gamma_1$	$K = \frac{tg\gamma_1}{d_1/d_2}$
34°	0,394	0,200	0,51
50°	0,258	0,137	0,53
58°	0,190	0,120	0,63
63°	0,149	0,110	0,74

Tableau VI : Comparaison des pentes mesurées $tg\gamma_1$ et du rapport de densités $\frac{d_1}{d_2}$

Les figures d'attaque dont la forme correspond à $\varphi = 63^\circ$ sont assez rares et nous n'en avons pas observées sur nos échantillons. Pour obtenir une valeur de $tg\gamma_1$ dans ce cas nous avons supposé que la pente $tg\beta$ était encore la même pour cette forme de figure et nous avons calculé $tg\gamma_1$ à partir de la relation (III) $tg\beta = tg\gamma_1 \sin \varphi/2$.

Le tableau VI montre clairement qu'il existe un lien entre la valeur des pentes $tg\gamma_1$ et les densités d_1 et d_2 des micro-faces qui apparaissent lors de la dissolution.

L'existence de différentes formes de figures d'attaque (sur un même type de face et pour des conditions

d'attaque identiques) est un phénomène assez peu fréquent pour les matériaux cristallins : si elle est souvent une source de complications dans l'interprétation des figures d'attaque elle s'avère ici d'une aide précieuse en cela qu'elle permet de mettre en lumière un lien peu évident.

Cette relation entre pente et densités réticulaires est partiellement confirmée par la forme arrière des figures d'attaque. Nous avons vu au paragraphe III 1 que la forme arrière des figures est peu reproductible et que ce sont des arêtes plus ou moins arrondies qui limitent la figure d'attaque dans la face $\{01.2\}$. Pourtant dans certains cas (par exemple pour l'échantillon H3) ce sont des arêtes rectilignes qui limitent l'arrière de la figure formant entre elles un angle φ' d'environ 86° (l'angle φ' est défini à la figure 18). Nous pouvons alors reprendre notre conception de facettes formées de micro-marches. En utilisant des raisonnements identiques à ceux du paragraphe III 3 nous pouvons indexer les micro-faces (base et contre-marche) qui limitent ces marches. Nous indiquons ci-dessous pour l'échantillon H3 les indices obtenus, le rapport $\frac{d_1}{d_2}$ des densités de la micro-face de contre-marche et de la micro-face de base, la pente moyenne mesurée à l'arrière $\text{tg}\gamma'_1$ et le rapport $K = \frac{\text{tg}\gamma'_1}{d_1/d_2}$:

$$\text{Micro-marches} \left\{ \begin{array}{l} \text{Contre-marche : } \{11.0\} \\ \text{Base} \quad \quad \quad \{01.2\} \end{array} \right.$$

$$\frac{d_1}{d_2} = \frac{\text{densité de la contre-marche}}{\text{densité de la base}} = 0,68$$

$$\text{pente moyenne mesurée :} \quad \text{tg}\gamma'_i = 0,31$$

$$K = \frac{\text{tg}\gamma'_i}{d_1/d_2} = 0,46$$

Ce résultat, en complément de ceux indiqués au tableau VI confirme l'existence d'une relation entre pentes et densités réticulaires.

L'ensemble des résultats indiqués nous invite à présent à préciser cette relation évoquée jusqu'ici d'un point de vue purement qualitatif. Il nous apparaît qu'une bonne approximation est représentée par une relation linéaire de la forme :

$$\text{tg}\gamma_i = K \frac{d_1}{d_2} \quad (\text{ou } \text{tg}\gamma'_i \text{ pour la forme arrière des figures})$$

Le coefficient K serait alors caractéristique des conditions d'attaque (nature chimique et concentration de l'agent attaquant, température).

Nous voyons que cette relation est bien vérifiée avec $K = 1/2$ pour le résultat concernant la forme arrière de la figure et pour les résultats du tableau VI concernant les deux premières formes de figures d'attaque ($\varphi = 34^\circ$ et $\varphi = 50^\circ$). L'écart entre la valeur proposée pour

K et la valeur calculée pour les deux autres formes de figures d'attaque ($\varphi = 58^\circ$ et $\varphi = 63^\circ$), d'ailleurs beaucoup plus rares que les précédentes, peut s'expliquer comme suit : la théorie cinématique envisage le cas idéal de marches parfaites sans décrochements (kinks) dont la présence modifierait la cinétique d'évolution des figures d'attaque : or c'est dans le cas où les micro-faces qui limitent les marches sont peu denses (ce qui est le cas pour les deux formes en question) que ces décrochements ont le plus de chance de se créer en nombre, diminuant ainsi la validité du modèle utilisé.

La relation proposée pour relier pente et densités réticulaires est à rapprocher de certains résultats "macroscopiques". Ainsi, des études sur la solubilité de $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$ dans l'acide chlorhydrique, ont montré que la solubilité des faces augmentait quand leur densité réticulaire diminuait [28] et ceci de manière linéaire [7] ; ces résultats restent toutefois approximatifs à cause du manque de reproductibilité des mesures. Une étude analogue pour le cuivre semble indiquer que le taux de dissolution est inversement proportionnel à la densité atomique de la face attaquée [29].

Ainsi les résultats macroscopiques se transposent à l'échelle microscopique des figures d'attaque ; les valeurs des pentes mesurées peuvent alors être expliquées comme nous l'avons vu par les densités réticulaires des

micro-faces apparues lors de la dissolution.

L'existence de différentes formes de figures d'attaque, qui nous a permis d'aboutir aux conclusions précédentes, amène aussi la question suivante : pourquoi, pour des conditions d'attaque fixées, tel type de micro-face (donc en définitive telle forme de figure) apparaît-il préférentiellement ? La réponse à cette question réside dans le fait qu'il existe au tout début de l'attaque une corrélation entre la forme de la figure d'attaque et la nature et l'orientation du défaut qui l'initie. Cette corrélation a été mise en évidence expérimentalement dans quelques cas [30,31,32] mais reste encore mal connue. Nos tentatives pour montrer l'influence de l'orientation du défaut sur la forme de la figure d'attaque sont restées infructueuses. Les rares travaux qui ont associé l'étude des figures d'attaque et la topographie aux rayons X [33,34] indiquent, nous semble-t-il, la voie à suivre pour préciser la nature exacte de cette corrélation.

CONCLUSION

Les pentes caractérisant la forme des figures d'attaque et les vitesses de dissolution ont pu être déterminées en utilisant la microscopie interférentielle et la méthode de stéréoscopie au microscope électronique à balayage que nous avons mise au point.

Le développement des figures d'attaque sur les faces {01.2} de $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$ tel que nous le concevons à l'issue de ce travail est le suivant :

- Dans un premier stade la dissolution fait apparaître des systèmes de micro-marches autour du défaut. La corrélation entre la nature et l'orientation du défaut et la forme de la figure d'attaque n'a pu être précisée dans ce travail.

- Nous avons montré que par la suite la théorie cinématique permettait de rendre compte de l'évolution observée. En particulier nous avons pu déterminer les indices cristallographiques des micro-faces apparues lors de la dissolution.

- Enfin, nous avons mis en évidence le lien qui existe entre la valeur des pentes mesurées et la densité de ces micro-faces ; nous avons montré qu'une relation linéaire reliant ces grandeurs était en accord avec les résultats obtenus.

Au cours de ce travail, d'autres voies que celle empruntée se sont offertes à nous. Certaines d'entre elles nous semblent ouvrir des possibilités d'améliorer la compréhension du mécanisme de formation et de développement des figures d'attaque.

Nous pensons notamment que l'étude expérimentale de la corrélation entre figures d'attaque et défauts cristallins et l'insertion de ce concept dans la théorie cinématique offrent des perspectives intéressantes pour des travaux futurs.

ANNEXE I

INFLUENCE DE L'INCLINAISON DU MIROIR
DE REFERENCE SUR LES PENTES MESUREES
EN MICROSCOPIE INTERFERENTIELLE.

ANNEXE II

CALCUL D'UNE DENIVELLATION EN STEREOSCOPIE
AU M.E.B.,

ANNEXE I

INFLUENCE DE L'INCLINAISON DU MIROIR DE REFERENCE SUR LES PENTES MESUREES EN MICROSCOPIE INTERFERENTIELLE.

Comme nous l'avons indiqué au paragraphe II, une dénivellation ou une pente par rapport au miroir de référence peut être déterminée à partir d'une micrographie interférentielle. Il s'agit ensuite de calculer la valeur de cette dénivellation ou de cette pente par rapport à la surface de l'échantillon. Soient à déterminer la dénivellation h_v et la pente $tg\beta_v$ entre deux points A et B (fig. A1).

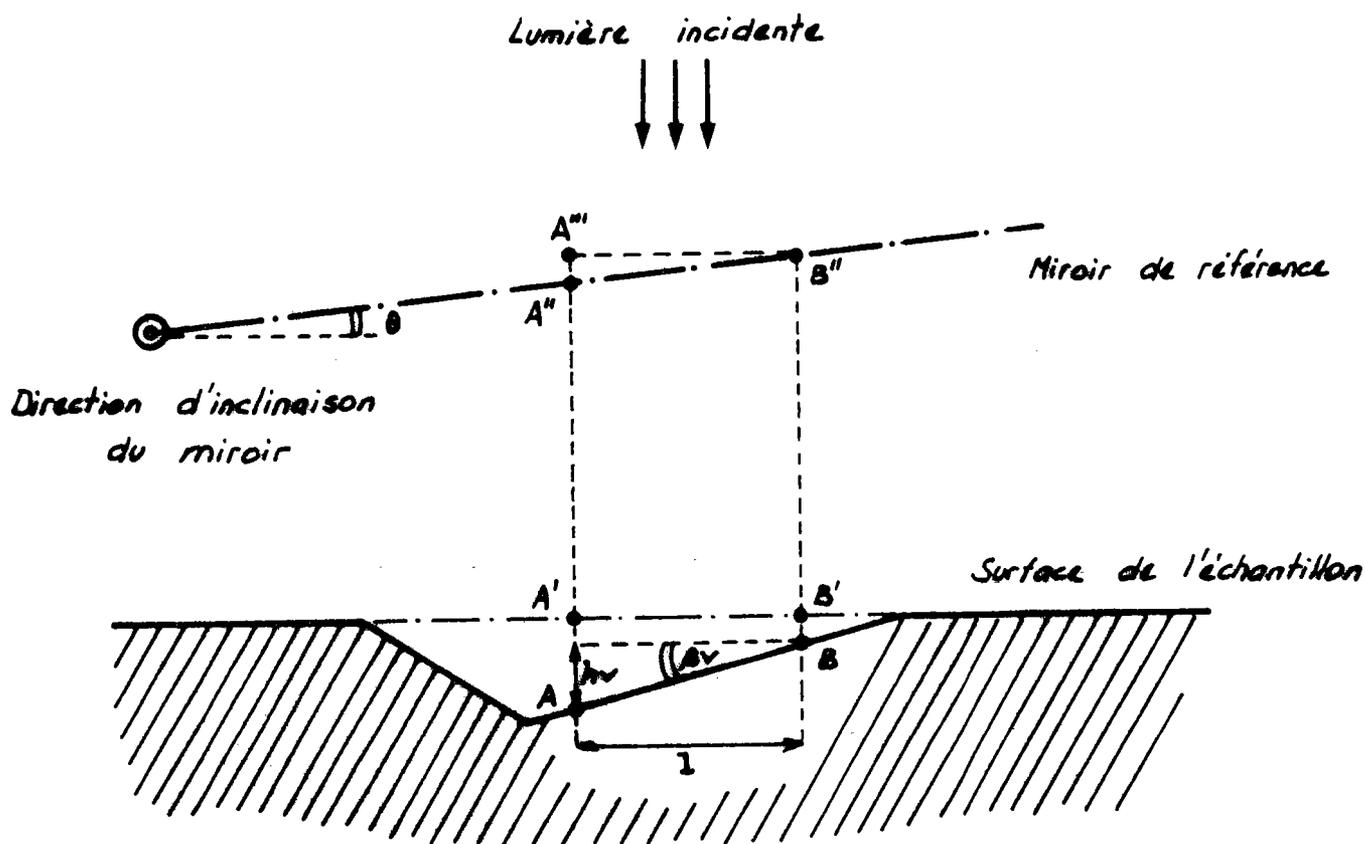


Figure A1 : Vue en coupe des positions relatives de l'échantillon et du miroir.

Le miroir de référence est positionné de manière à créer un coin d'air virtuel d'angle θ avec la surface de l'échantillon. L'orientation du miroir par rapport à la surface de l'échantillon est également indiqué à la figure A1.

Nous supposons qu'il y a n interfranges entre A et B. La micrographie interférentielle nous permet de déterminer la distance l et le nombre d'interfranges n entre A et B.

Relativement au miroir la dénivellation hm et la pente $tg\beta_m$ sont :

$$hm = AA'' - BB'' = \frac{n\lambda/2}{1} \quad (\text{voir figure A1})$$

$$tg\beta_m = \frac{hm}{l} = \frac{n\lambda}{12}$$

La dénivellation hv entre A et B relativement à la surface de l'échantillon s'écrit :

$$hv = AA' - BB'$$

$$\text{soit } hv = (AA'' - A'A'') - (BB'' - B'B'')$$

$$= AA'' - BB'' + (B'B'' - A'A'')$$

$$\text{soit } hv = hm + l \, tg \, \theta \quad (1)$$

On obtient alors pour la pente $tg\beta_v$ relativement à la surface :

$$tg\beta_v = \frac{hv}{l} = \frac{hm}{l} + \frac{l \, tg\theta}{l}$$

$$\text{soit } tg\beta_v = tg\beta_m + tg \, \theta \quad (2)$$

Nous avons vu qu'en pratique les grandeurs β_m et hm étaient faciles à déterminer. Les relations (1) et (2) permettent ensuite de calculer β_v et hv , l'angle θ étant déterminé par l'écartement des franges à la surface de l'échantillon.

Dans notre calcul les points A et B sont situés dans un plan perpendiculaire à la direction d'inclinaison du miroir. Ceci se traduit sur la micrographie interférentielle par le fait que la direction AB est perpendiculaire à la direction des franges sur la surface.

Si la direction AB fait un angle φ avec la direction des franges sur la surface on montre en raisonnant comme précédemment que les équations (1) et (2) deviennent :

$$hv = hm + l \operatorname{tg}\theta \cos \varphi \quad (3)$$

$$\operatorname{tg}\beta_v = \operatorname{tg}\beta_m + \operatorname{tg}\theta \cos \varphi \quad (4)$$

où les grandeurs hv , β_v , hm , β_m , l , θ sont définies comme nous l'avons indiqué au début de ce paragraphe.

ANNEXE IICALCUL D'UNE DENIVELLATION EN STEREOSCOPIEAU M.E.B.

Nous nous plaçons dans l'approximation de la projection parallèle (grandissement M supérieur à 1000) ; une photographie représente donc la projection de l'objet agrandie M fois, l'axe de projection étant parallèle au faisceau incident.

Soit à mesurer à dénivellation entre deux points A et B. Les figures A2 (b) et A2 (c) montrent ces deux points pour chacune des deux positions de prise de vue. La figure A2 (a) indique la position moyenne pour laquelle est calculée la dénivellation h entre A et B. L'axe Oy est la direction d'inclinaison et le faisceau incident est parallèle à l'axe Oz.

Nous avons pour l_1 et l_2 les distances qui séparent les points projetés A_1 , B_1 et A_2 , B_2 :

$$l_1 = AC \cos \alpha/2 - BC \sin \alpha/2$$

$$l_2 = AC \cos \alpha/2 + BC \sin \alpha/2$$

ou en posant $AC = 1$ et $BC = h$

$$l_1 = 1 \cos \alpha/2 - h \sin \alpha/2$$

$$l_2 = 1 \cos \alpha/2 + h \sin \alpha/2$$

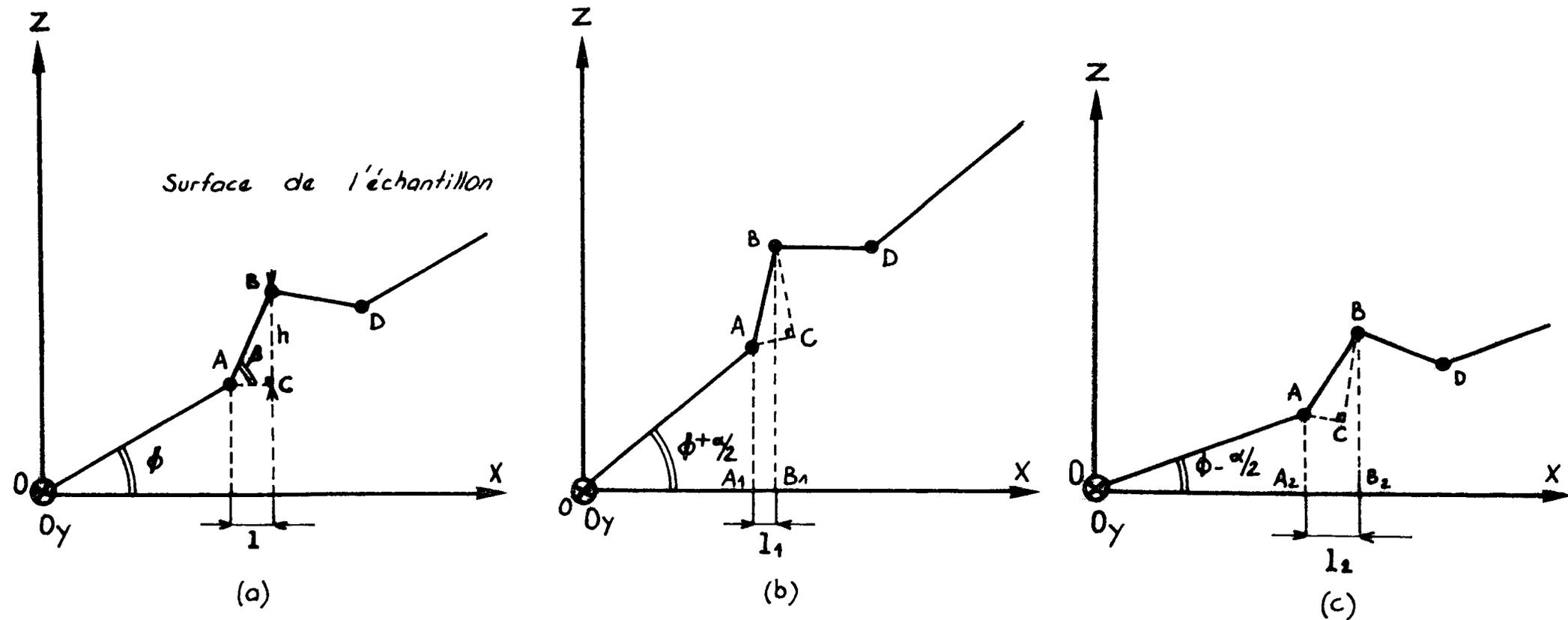


Figure A2 : Vue en coupe d'un échantillon (a) dans la position de moyenne de reconstruction (b) et (c) lors des prises de vues.

d'où l'on tire :

$$h = \frac{l_2 - l_1}{2 \sin \alpha/2} \quad (1) \quad \text{et} \quad l = \frac{l_1 + l_2}{2 \cos \alpha/2} \quad (2)$$

Les distances L_1 et L_2 se déduisent des distances mesurées sur la photographie L_1 et L_2 par les relations :

$$l_1 = \frac{L_1}{M}$$

$$l_2 = \frac{L_2}{M}$$

où M est le grandissement de la photographie par rapport à l'objet.

L'équation (1) devient alors :

$$h = \frac{L_2 - L_1}{2M \sin \alpha/2}$$

ou

$$h = \frac{p}{2M \sin \alpha/2} \quad (3)$$

avec $p = L_2 - L_1 =$ parallaxe

C'est la relation indiquée au paragraphe I 2.1.

Avec les notations précédentes nous avons pour 2 :

$$l = \frac{L_1 + L_2}{2M \cos \alpha/2}$$

La pente $\text{tg} \beta$ entre A et B, toujours pour la position moyenne d'inclinaison, est alors :

$$\text{tg} \beta = \frac{h}{l} = \frac{L_2 - L_1}{L_1 + L_2} \cotg \alpha/2 \quad (4)$$

La mesure sur les photographies de L_1 et L_2 et la connaissance de l'angle d'inclinaison α permet donc de déterminer la dénivellation h et la pente $\text{tg}\beta$ entre les deux points A et B. Pour obtenir ces deux grandeurs relativement à la surface de l'échantillon il faut encore calculer la pente $\text{tg}\varnothing$ de cette surface (figure A2a). Ceci se fait en considérant par exemple les deux points A et D et en leur appliquant la relation (4).

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- 1 SUNAGAWA I.
Mechanism of crystal growth, etching and twin formation of hematite.
Mineral.J. 3, 59-89 (1960)

- 2 SUNAGAWA I.
Mechanism of natural etching of hematite crystals.
Amer. Mineral. 47, 1332-1345 (1962)

- 3 BARO R., JANOT A., BALTZINGER C.
Contribution à l'étude physique de l'attaque des cristaux d'hématite $Fe_2O_3-\alpha$ par HCl.
Fourth European Regional³ Conference on Electron Microscopy I, 539-540 (1968)

- 4 JANOT A., BARO R.
Contribution à l'étude physique de l'attaque chimique de cristaux d'hématite $Fe_2O_3-\alpha$ par l'acide chlorhydrique. I. - Description de la forme des figures d'attaque.
J. Microscopie 7 , 323-330 (1968)

- 5 BARO R., JANOT A.
Contribution à l'étude physique de l'attaque chimique de cristaux d'hématite $Fe_2O_3-\alpha$ par l'acide chlorhydrique. II. - Mécanisme de l'attaque dans le plan (01.2).
J. Microscopie 8, 431-438 (1969)

- 6 BALTZINGER C., BARO R.
Zur Entwicklung von Ätzfiguren auf Hämatit durch Salzsäure.
Beitr. Elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl. 4, 615-623 (1971)

- 7 BALTZINGER C., BARO R.
Sur l'anisotropie de dissolution de l'hématite par l'acide chlorhydrique.
(à paraître)

- 8 ILLIG W.
Oberflächenprüfung mit dem Interferenzmikroskop.
Metalloberfläche 7, 97-104 (1953)

- 9 SCHULZ G.
Über Interferenzen gleicher Dicke und Längenmessung
mit Lichtwellen.
Ann. d. Physik 14, 6ème série, 177-187 (1954)

- 10 GATES J.W.
Fringe spacing in interference microscopes.
J. Sci. Instrum. 33, 507 (1956)

- 11 LANE G.S.
The application of stereographic techniques to the
scanning electron microscope.
J. Sci. Instr. (J. Phys. E. Ser. 2) 2, 565-569 (1969)

- 12 GARROD R.I., NANKIVELL J.F.
Sources of error in electron stereomicroscopy.
Brit. J. Appl. Phys. 9, 214-218 (1958)

- 13 WELLS O.C.
Correction of errors in electron stereomicroscopy.
Brit. J. Appl. Phys. 11, 199-201 (1960)

- 14 BOYDE A.
Practical problems and methods in the three-dimensional
analysis of scanning electron microscope images.
Scanning Electron Microscopy 1970, Proceedings of the
Third Annual Scanning Electron Microscope Symposium
IIT Research Institute, CHICAGO, ILLINOIS 60616, U.S.A.,
April 1970.

- 15 CHRISTENHUSS R., PFEFFERKORN G.
Bild-Drehung und-Verzerrung beim Raster-Elektronemikros-
kop STEREOCAN.
Beitr. Elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl. 1
129-140 (1968)

- 16 BOYDE A.
Calibration of the specimen stage of Stereoscan.
Beitr. Elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl.
3; 403-410 (1970).

- 17 BALTZINGER C., BARO R.
Contribution à l'interprétation de la forme des
figures de corrosion observées sur certaines faces
de l'hématite.
(à paraître)
- 18 SPIEGEL M.R.
Theory and Problems of Statistics.
p. 243-244, Schaum Publishing Co. (NEW-YORK) (1961)
- 19 PATEL A.R., DESAI C.C.
Kinetics of the etching of dislocations in doped
calcium fluoride single crystals.
J. Phys. D. : Appl. Phys., 5, 386-389 (1972)
- 20 IVES M.B., HIRTH J.P.
Dissolution kinetics at dislocation Etch pits in
single crystals of Lithium fluoride.
J. Chem. Phys. 33, 517-525 (1960)
- 21 IVES M.B., MCAUSLAND D.D.
On the slope of etch pits.
Surf. Sci. 12, 189-207 (1968)
- 22 PAULING L., HENDRICKS S.B.
The crystal structure of hematite and corundum.
J. Am. Chem. Soc. 47, 781-790 (1925)
- 23 WILLIS B.T.M., ROOKSBY H.P.
Crystal structure and antiferromagnetism in hematite.
Proc. Phys. Soc. 65, 950-954 (1952)
- 24 FRANK F.C.
Growth and Perfection of Crystals.
p. 411-419 (Edité par DOREMUS R.H., ROBERTS B.W.
et TURNBULL D.) Wiley - NEW-YORK (1958)
- 25 FRANK F.C.
On the kinematic theory of Crystal Growth and
Dissolution processes, II.
Zeit. für Phys. Chem. Neue Folge 77, 84-92 (1972)

- 26 CABRERA N.
Kinematic theory of crystal dissolution and its application to etching.
Proceedings of the 4th international symposium on the reactivity of solids, AMSTERDAM, May 30th-June 5th, 345-351 (1960).
- 27 HULETT L.D., YOUNG F.W.
An application of the kinematic theory to copper crystal etching studies.
J. Phys. Chem. Solids, 26, 1287-1292 (1965).
- 28 WARREN I.H., BATH M.D., PROSSER A.P., ARMSTRONG J.T.
Anisotropic dissolution of hematite.
The Inst. of Mining and Met. Trans. 78, C21-C27 (1969)
- 29 MAYANNA S.M., SETTY T.H.
Effect of crystallographic Orientation on the rate of chemical dissolution of single crystal planes of copper in non-oxidizing acid.
Indian J. of Chem. 10, 295-298 (1971)
- 30 GILMAN J.J., JOHNSTON W.G., SEARS G.W.
Dislocation etch pit formation in Lithium fluoride.
J. of Appl. Phys. 29, 747-754 (1958)
- 31 PATEL A.R., SINGH R.P.
Studies on Etch Patterns of Barium fluoride single crystals.
Jap. J. of. Appl. Phys. 6, 938-943 (1967)
- 32 JOSHI M.S., ITTYACHEN M.A.
Inclined dislocations in Apophyllite crystals.
Zeitschrift für Kristallographie 1, 321-329 (1968)
- 33 G'SELL C., FREMIOT M., CHAMPIER G.
Correlation entre les points d'emergence des dislocations et les figures d'attaque révélées sur l'aluminium.
Prakt. Metallogr. 7, 39-43 (1970).
- 34 ZARKA A.
Etude par topographies aux rayons X des défauts cristallins dans la dolomite et la magnésite.
Bull. Soc. Fr. Minéral. Cristallogr. 92, 160-171 (1969).
-