

ENQUETE 81/01

UNIVERSITÉ
MICROSCOPE ET STRUCTURE DES MATÉRIAUX

EXAMENS EN D.E.R.

Objet : échantillons fournis par
M. V le 22 avril 1981

EXAMENS EN D.E.R.

Préparation des échantillons :

Les échantillons ont été obtenus en diluant quelques milligrammes du matériau à analyser dans 20cm^3 d'eau. La solution obtenue a été soumise 2 à 5 heures à un traitement dispersif par ultra-sons. Une goutte de la solution dispersée est **prélevée** sur une grille de ME. recouverte d'un film support amorphe (**collodion**), puis placée dans un dessiccateur maintenu à température ordinaire. Dans ces conditions nous avons pu obtenir des dépôts transparents aux électrons (épaisseur du dépôt $\sim 1000\text{Å}$).

Les observations ont été effectuées en transmission (méthode **d'analyse** plus complète que l'observation **en** réflexion. La tension accélératrice est **de 80KV** (électrons non relativistes, ce qui entraîne peu de dommage par irradiation pour l'objet) et le vide classique ($\sim 10^{-6}$ torr).

Résultats :

Une première remarque s'impose : les conditions de préparation imposées pour rendre l'objet transparent présentent l'inconvénient de rendre inobservables tous les constituants très solubles. En effet, ils ne peuvent exister après dessiccation qu'à l'état de traces dans la préparation. **Il** ne saurait donc être question de retrouver les chlorures, nitrates, sulfates et carbonates alcalins, pas plus que les chlorures **et** nitrates d'alcalins terreux.

1 - Terre de référence :

Comme on pouvait s'y attendre, tous les diagrammes montrent que le matériau est polycristallin. En effet, les diagrammes (type V_d) formés d'anneaux fins et sans fond continu important, indiquent que la préparation ne contient pas **de** constituants amorphe ou pseudo amorphe et qu'elle est **formée** de petits cristaux ($\sim 800\text{Å}$) totalement désorientés. La **mesure** des distances interréticulaires et des intensités comparée aux données correspondantes calculées (pour l'unité de volume)

.../...

pour chacun des composés susceptibles de se former, laisse penser qu'il y a coexistence d'au moins trois composés : $\text{Ba Ca}(\text{CO}_3)_2$; $\text{Ca O}_2, 8\text{H}_2\text{O}$ et en moindre quantité Fe_3O_4 . Néanmoins les intensités observées ne satisfont pas totalement lorsqu'on les compare aux valeurs théoriques.

2 - Echantillons prélevés sur la couronne

Une remarque préliminaire : nous avons prélevé à la pince les seules parties noires, brillantes, à aspect macroscopique nettement différent de la terre. Ces particules soumises à l'action d'un champ classique (barreau aimanté) ne présentent pas de propriétés magnétiques.

Pour l'examen en diffraction il nous a été impossible de les séparer totalement de la terre sous-jacente. Nous avons soumis l'ensemble au même traitement (dissolution dans l'eau et dispersion par ultra-sons), en prolongeant de quelques heures le traitement dispersif car les particules noires étaient plus compactes et semblaient moins solubles.

Nous avons effectué une dizaine d'échantillonnages et donc de solutions afin d'observer le recouvrement (ou non) des résultats.

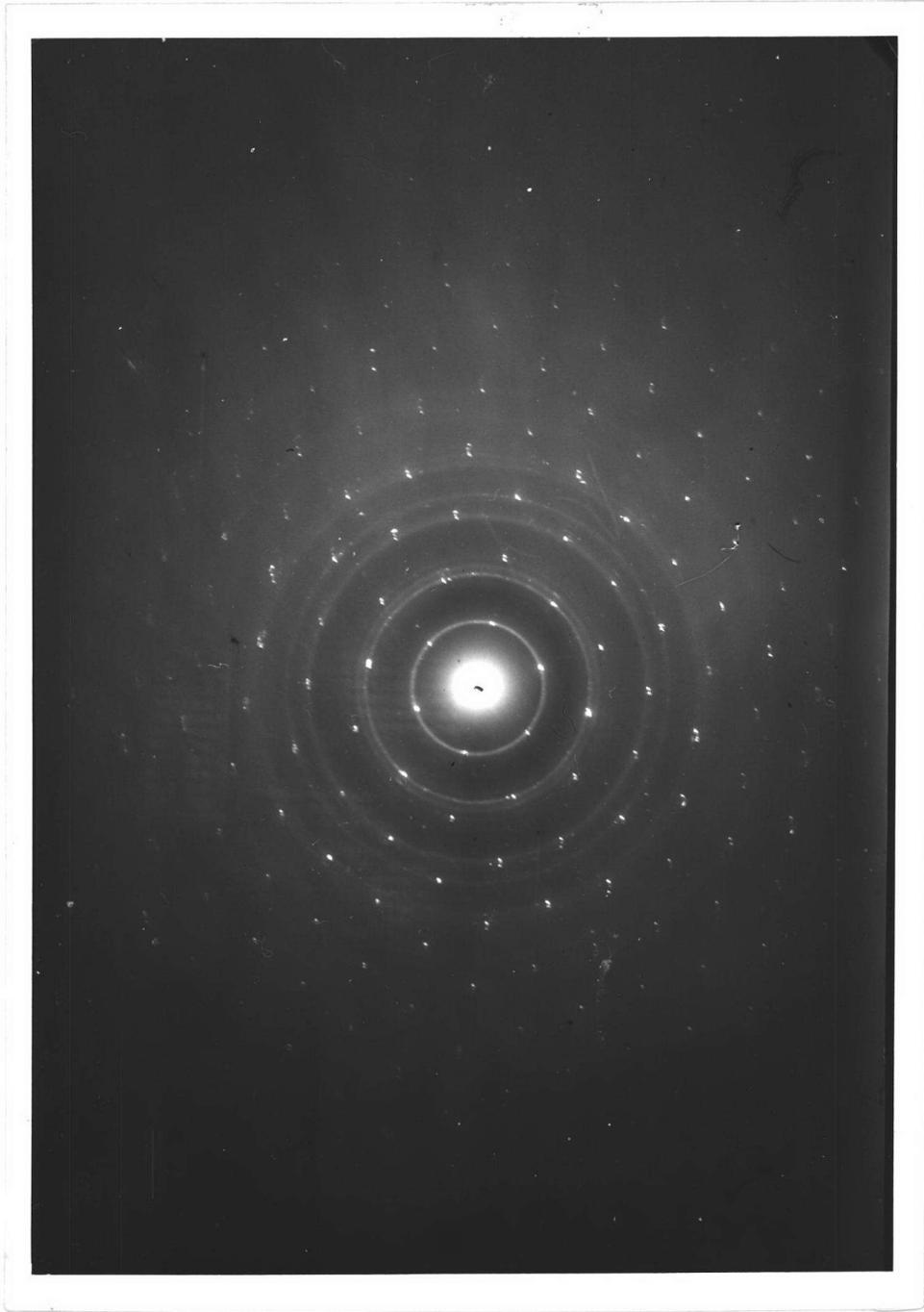
- Les diagrammes obtenus sont tous de 2 types :

* Les plus nombreux sont du type V_2 . Il y apparaît deux raies nouvelles : $d_{hkl} = 2,77\text{\AA}$ et $d_{hkl} = 2,98\text{\AA}$, qui peuvent appartenir à $\text{Ca O}_2, 8\text{H}_2\text{O}$. Ce qui nous permet de dire que la concentration relative de ce composé sous forme parfaitement cristalline a augmenté.

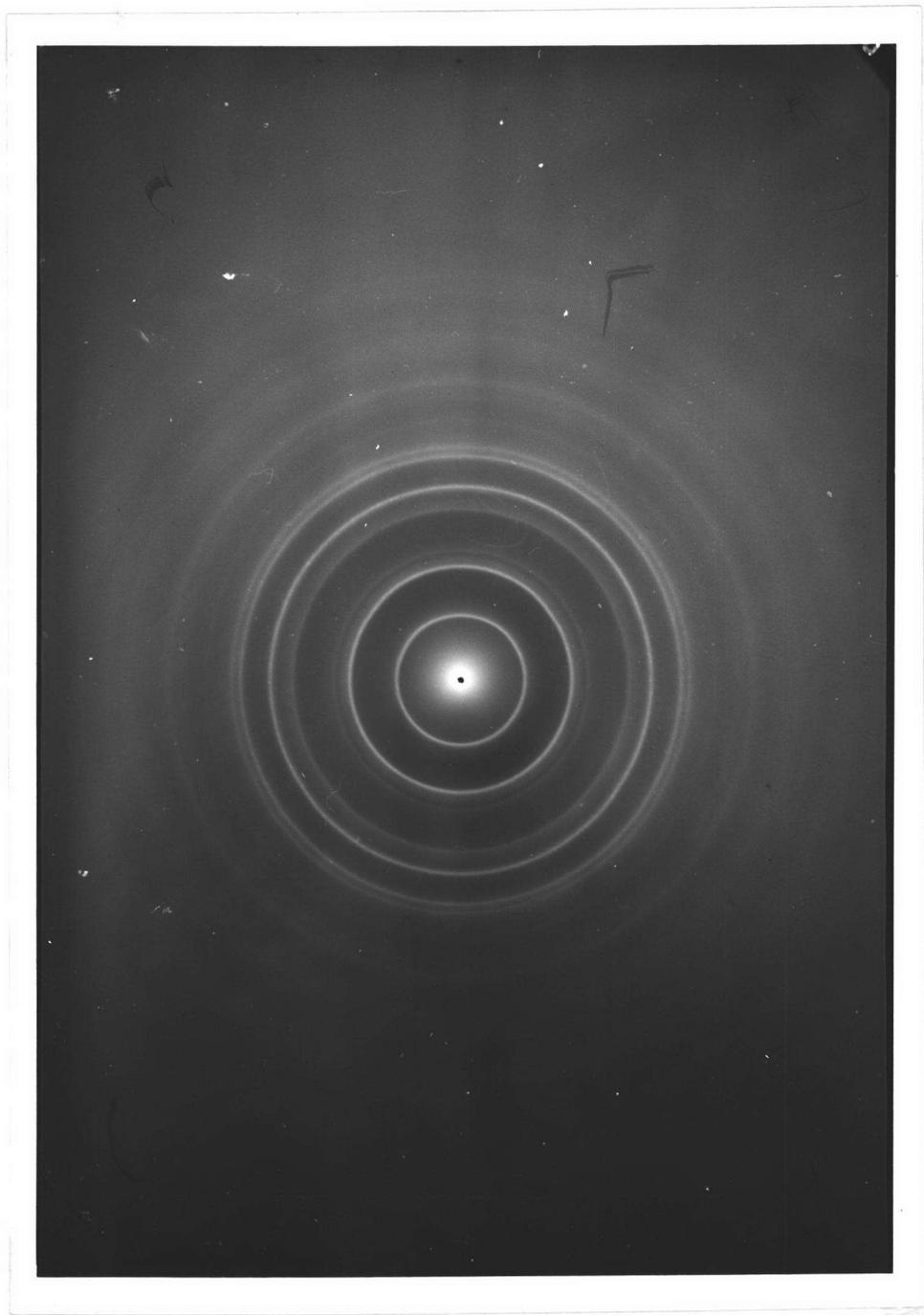
* Quelques diagrammes sont formés d'anneaux et de points (cliché 3). Ce qui montre que parmi les constituants de l'échantillon l'un d'entre eux au moins, responsable du diagramme de points, est monocristallin.

Il est à remarquer que nous n'avons pas rencontré de monocristaux dans les échantillons de la terre de référence.

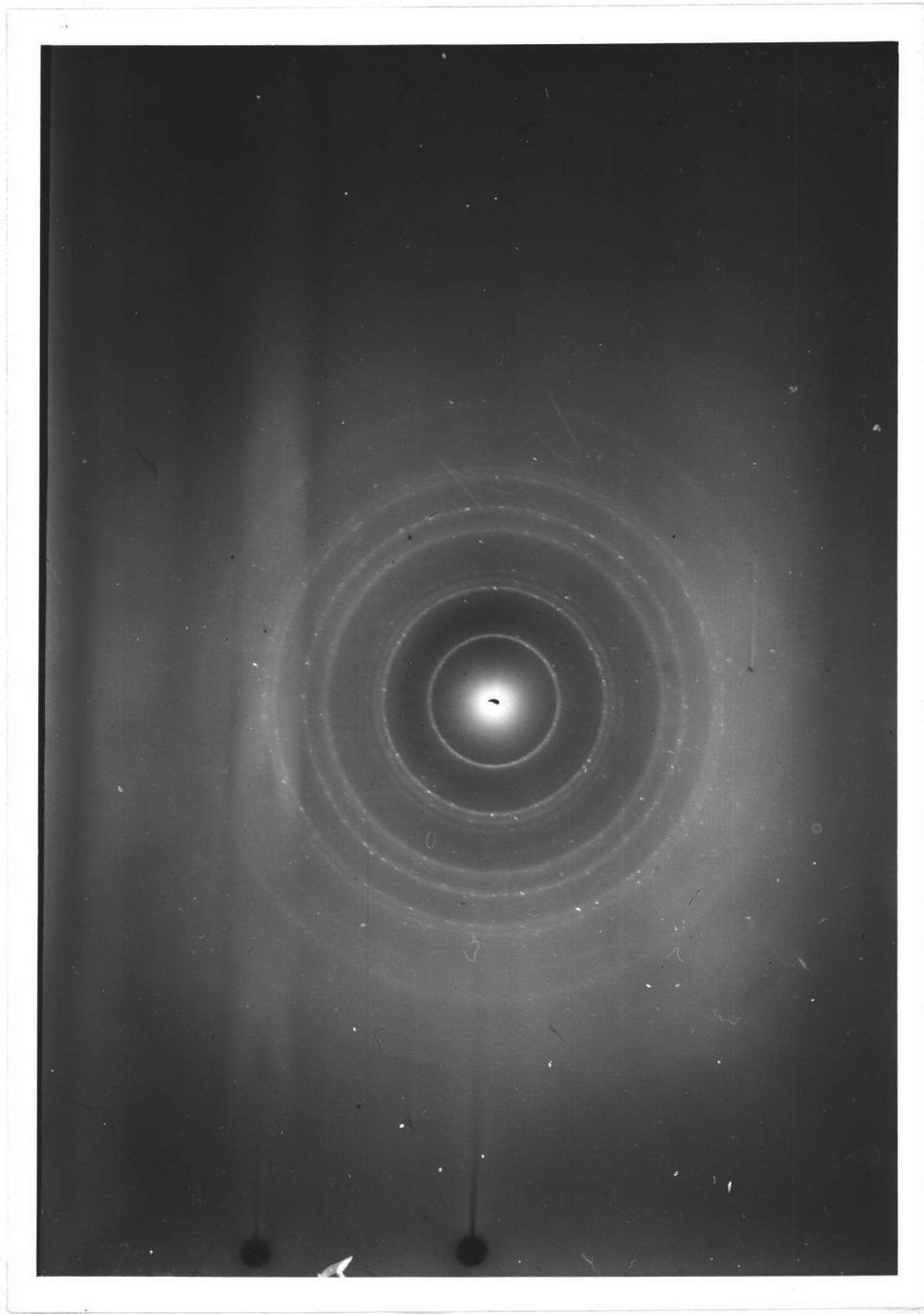
Nous avons en outre tenté une expérience sur la terre de référence. Le porte-objet du diffractographe est équipé d'un four pouvant monter jusqu'à 1000°C . Nous avons donc repris quelques échantillons de terre de référence et soumis ces derniers à un recuit sous vide de 2 heures (montée du four à 1000°C). Ni en fin de recuit, ni en cours de refroidissement nous n'avons observé de transformation en monocristal, ni d'ailleurs d'évolution notable du diagramme polycristallin.



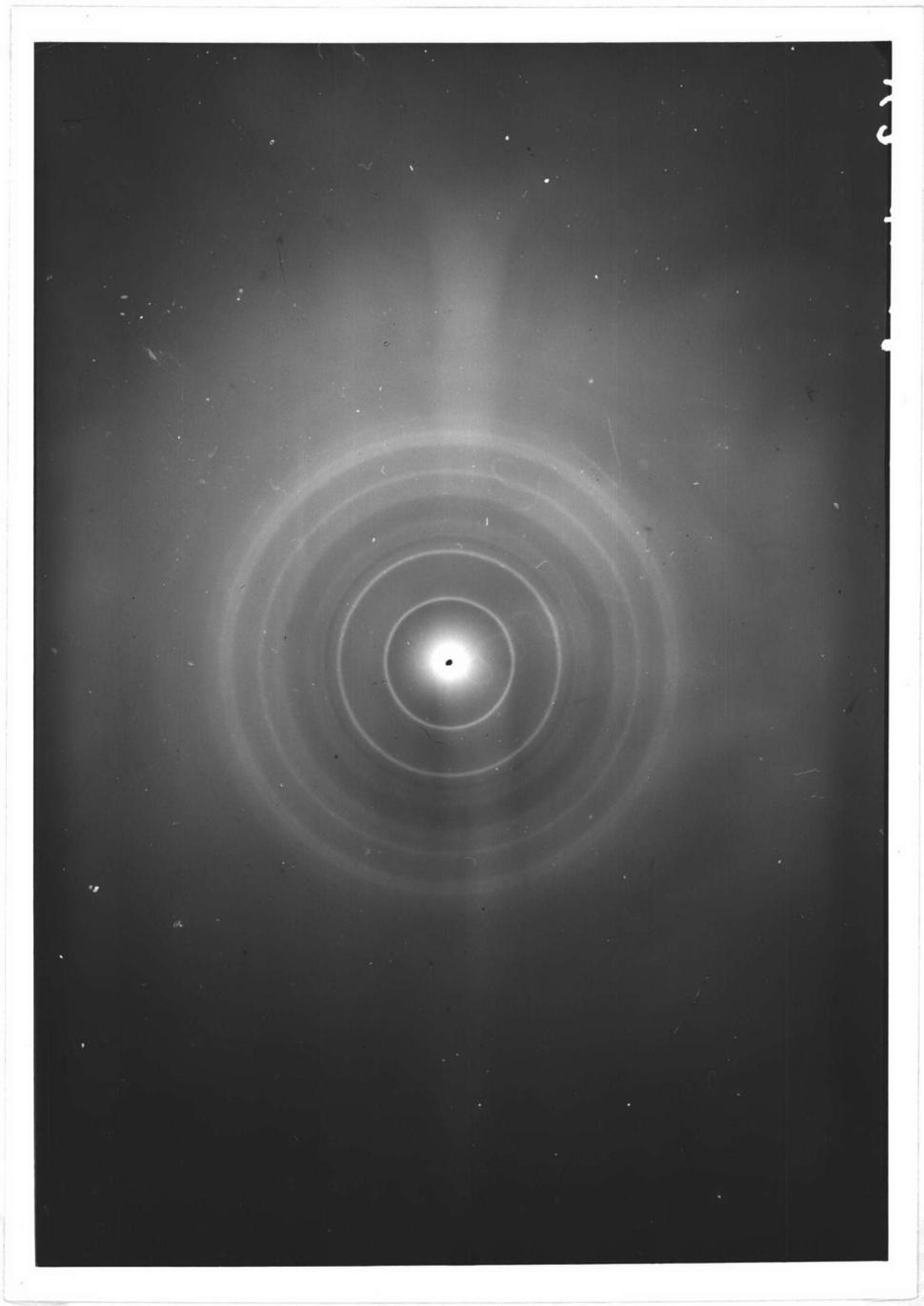
V₁ : Echantillon prélevé sur la Couronne



V2 : Terre de référence



V1 : Echantillon prélevé sur la Couronne



V2 : Terre de référence recuite à 1000°C