

Nouvelle approche d'acquisition des données de macles de la calcite sous EBSD

Par Camille Parlangeau

Directeur de thèse : Olivier Lacombe

Promoteurs de thèse : Sylvie Schueller, Eric Kohler

(À l'initiative de Jean-Marc Daniel)

Dans le cadre de cette étude les géologues s'intéressent à la reconstitution des contraintes

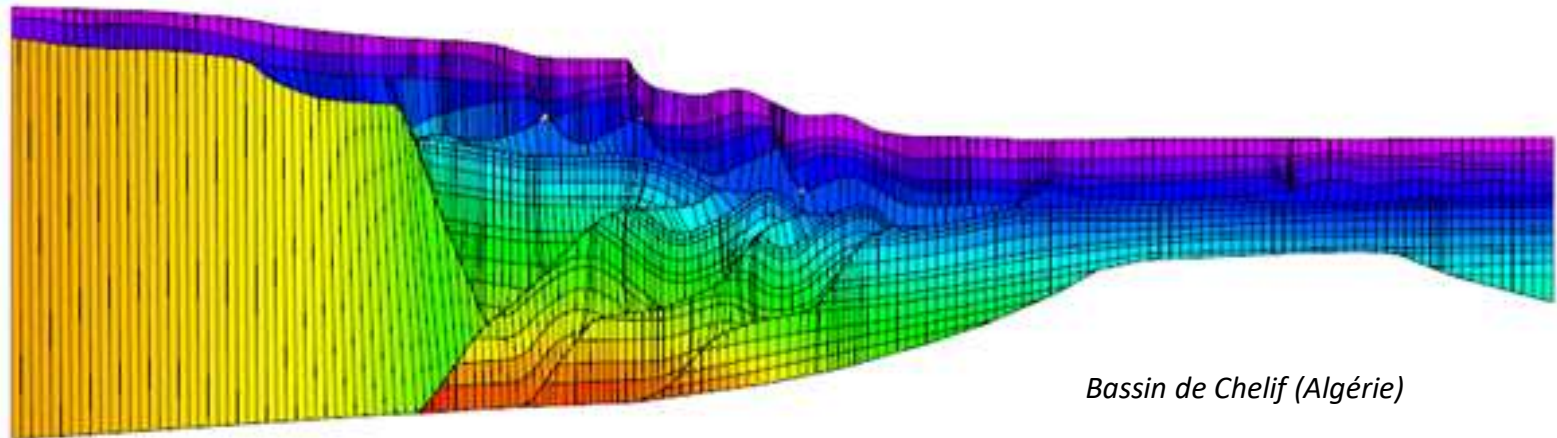
Pourquoi le maillage ?

- Déformation intra-cristalline induite par l'application d'une contrainte
 - Retrouver les orientations des contraintes à partir des déformations

Pourquoi la calcite ?

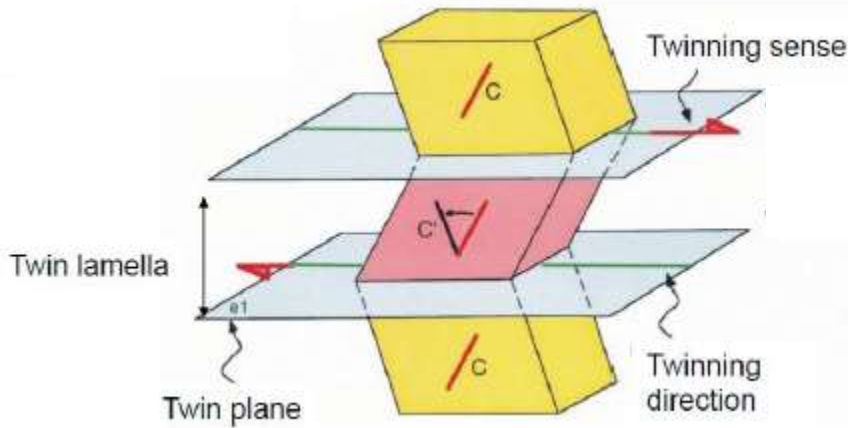
- Minéral commun

0 6000 12000 18000 24000 30000 36000 42000 48000 54000 60000 66000 74096

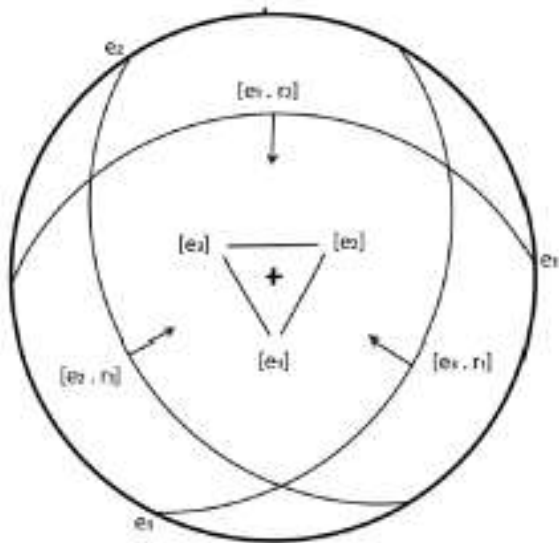
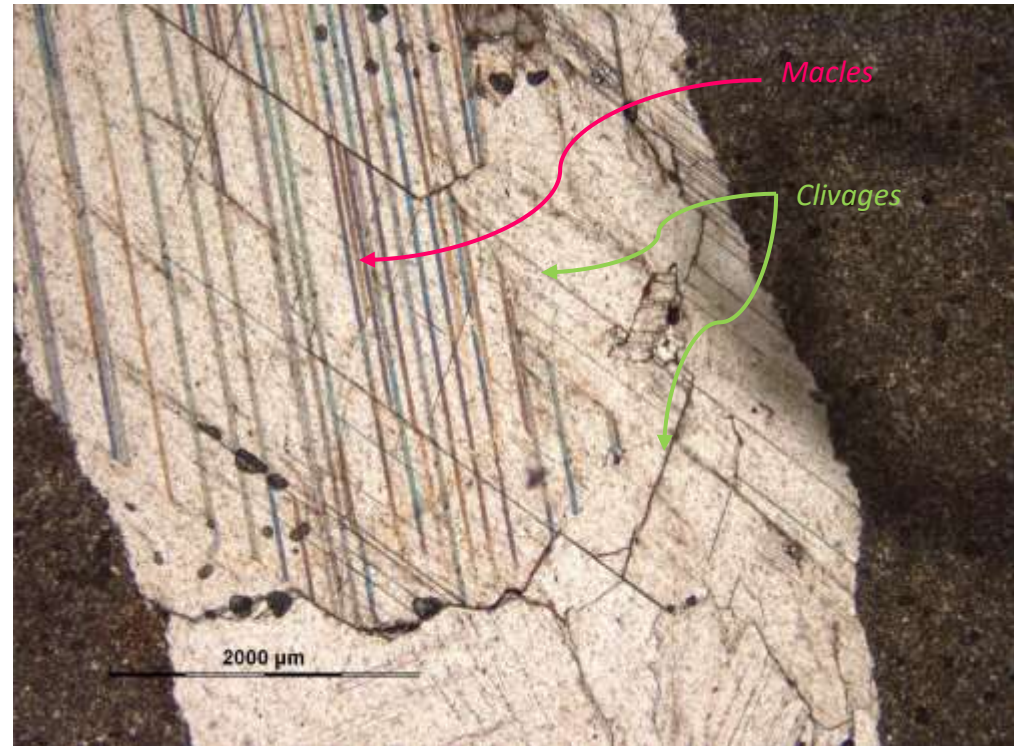


Bassin de Chelif (Algérie)

Qu'est-ce que le maclage de la calcite ?



De Bresser et Spiers (1997)
Turner et al. (1954)
Turner et Weiss (1963)



- 👉 Calcite = système cristallin rhomboédrique
- 👉 Système de déformation intra-cristalline formée par la juxtaposition de cristaux d'une même phase
- 👉 Direction, sens et quantité de déplacement fixes
- 👉 3 plans potentiellement activables

L'utilisation des macles de la calcite en Géologie

Acquisition des données de macles de la calcite

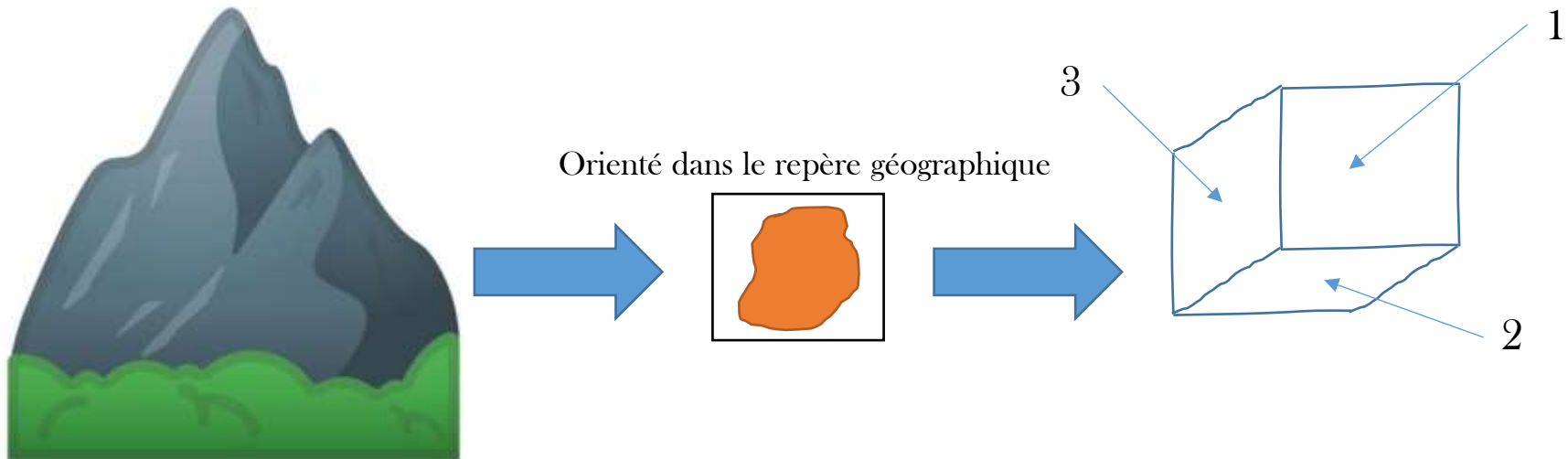
- Orientation du réseau cristallin de la calcite dans le repère géographique
- Détermination des plans maclés et non -maclés

- 1 échantillon = 3 lames minces perpendiculaires
- Mini. 30 cristaux / lame mince

Inversion des données (Par exemple Yamaji, 2015 ou Parlangeau et al., 2018)

- Besoin de l'orientation des lamelles de macles dans le repère géographique

Obtention du tenseur des contraintes à l'origine de la formation des macles

Préparation des lames minces pour une méthode d'acquisition « traditionnelle »

ETAPES	ABRASIF	PRESSION TOTALE	VITESSE ROTATION	DE	TEMPS DE POLISSAGE	NETTOYAGE
1	Diamant polycristallin 9 μm (pâte + suspension)	600 g	100 t/mn		40 mn	Savon liquide, rinçage à l'eau
2	Diamant polycristallin 6 μm (pâte + suspension)	400 g	100 t/mn		50 mn	Savon liquide, rinçage à l'eau
3	Diamant monocristallin 3 μm (pâte + suspension)	340 g	100 t/mn		45 mn	Savon liquide, rinçage à l'eau
4	Diamant monocristallin 1 μm (pâte + suspension)	300 g	80 t/mn		45 mn	Savon liquide, rinçage à l'eau
5	Diamant monocristallin $\frac{1}{4}$ μm (pâte + suspension)	240 g	60 t/mn		45 mn	Savon liquide, rinçage à l'eau

Acquisition des données de macles de la calcite



Microscope optique

1 échantillon = 3 lames minces → 3 jours de mesures minimum

→fastidieux
→chronophage

Platine universelle

- Limitation techniques de la platine universelle,
 - qui ne permet pas de mesurer les plans à moins de 30° de pendages par rapport à la lame mince
 - difficulté à déterminer l'orientation d'un cristal peu ou pas déformé
- Limitation visuelle de l'utilisateur, sur le statut des plans non-maclés

→ Biais qui impactent directement les résultats de l'inversion (Parlangeau et al., 2018)



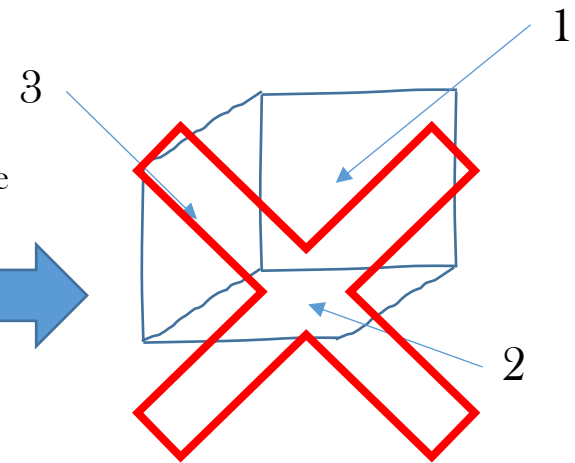
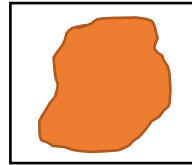
Améliorer le protocole d'acquisition :

- 👤 Réduire le biais optique de mesure
- 👤 Réduire le temps de mesure

Préparation des échantillons pour l'EBSD

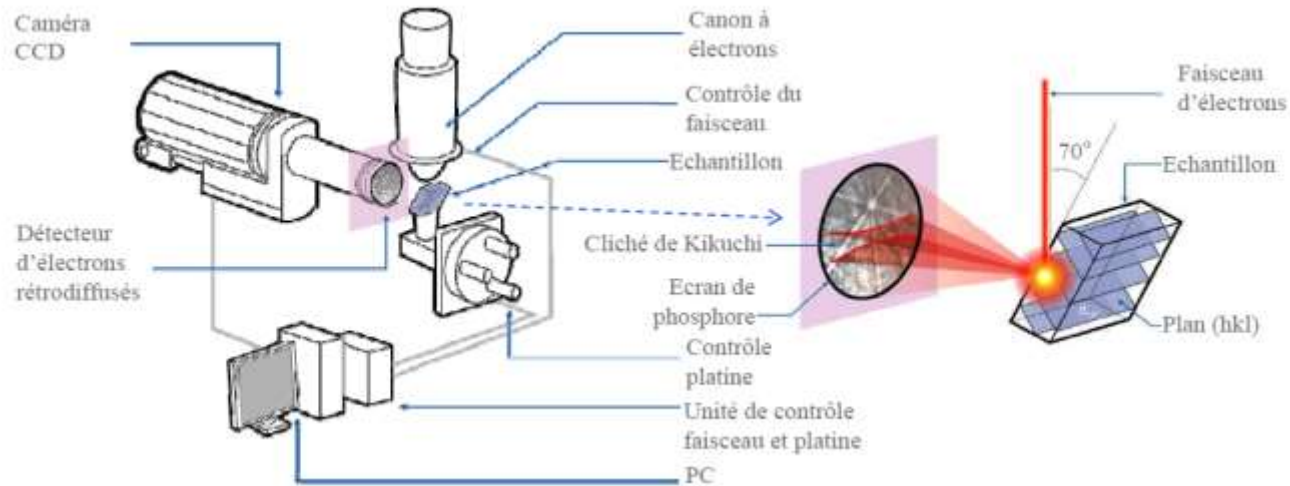


Orienté dans le repère géographique



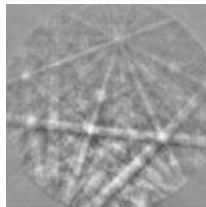
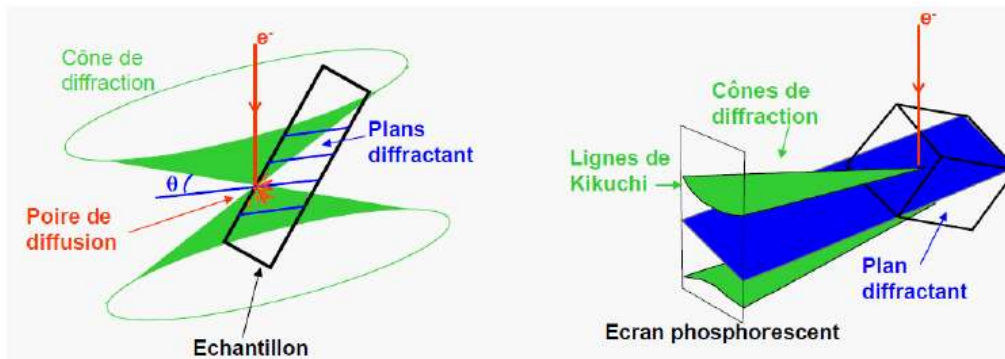
ETAPES	ABRASIF	PRESSION TOTALE	VITESSE ROTATION	DE	TEMPS DE POLISSAGE	NETTOYAGE
1	Diamant polycristallin 9 μm (pâte + suspension)	600 g	100 t/mn		40 mn	Savon liquide, rinçage à l'eau
2	Diamant polycristallin 6 μm (pâte + suspension)	400 g	100 t/mn		50 mn	Savon liquide, rinçage à l'eau
3	Diamant monocristallin 3 μm (pâte + suspension)	340 g	100 t/mn		45 mn	Savon liquide, rinçage à l'eau
4	Dimant monocristallin 1 μm (pâte + suspension)	300 g	80 t/mn		45 mn	Savon liquide, rinçage à l'eau
5	Diamant monocristallin $\frac{3}{4}$ μm (pâte + suspension)	240 g	60 t/mn		45 mn	Savon liquide, rinçage à l'eau
6	Silice colloïdale 0.02 μm	240 g	60 t/mn		5-10 mn	Savon liquide, rinçage à l'eau

Principe de l'EBSD (Electron BackScatter Diffraction)



Indexation des diagrammes de Kikuchi :

- 🚫 Bande de Kikuchi = famille de plans diffractants
- 🚫 Position des bandes de Kikuchi = orientation dans le repère EBSD

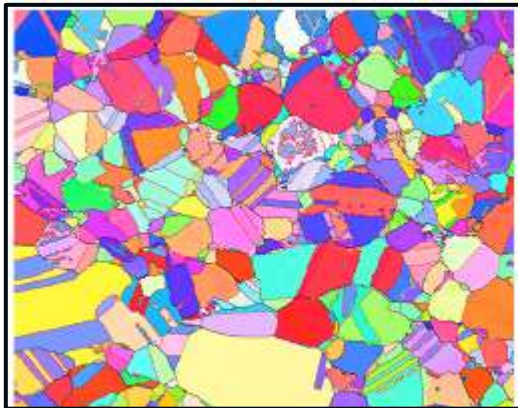


→ **Orientation du réseau cristallin**

Rappel des Besoins de cette étude :

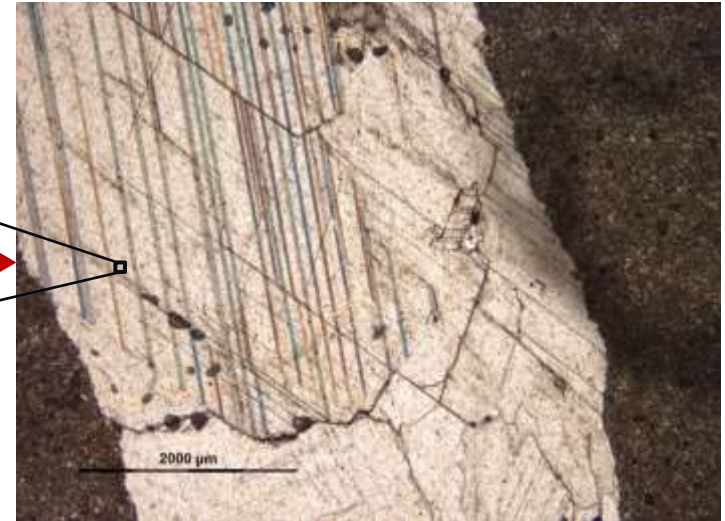
- Orientations de 30 cristaux / lame mince
- Détermination des plans maclés et non-maclés

Métallurgistes



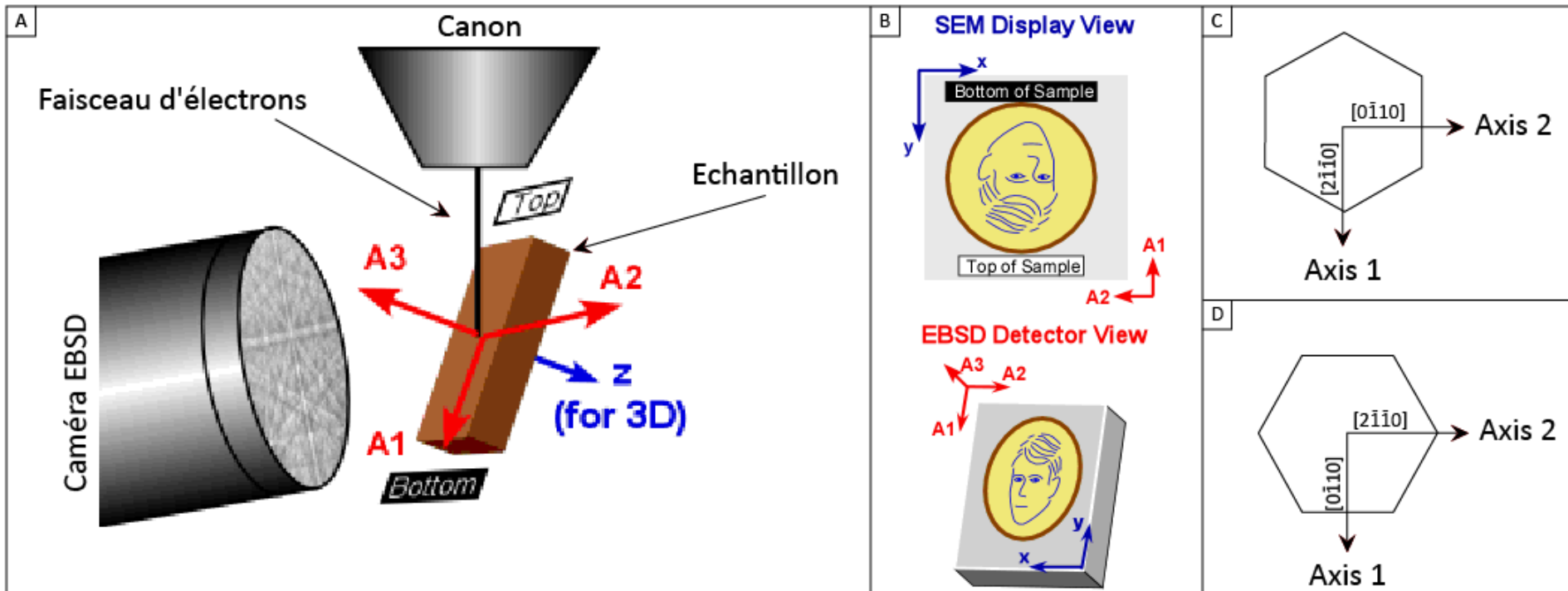
Échelle 1000
fois supérieure

Calcite



Les épaisseurs des macles dans des roches carbonatées sont souvent inférieures au micron

Détermination de l'orientation de réseau cristallin de la calcite dans un EBSD



Utilisation d'un cristal sur une lame mince mesurée sous PU et EBSD

A chaque EBSD sa configuration dépendant du constructeur :

- ✎ LISE + ICMMO → OIM
- ✎ LMS → AZtechKL

Plusieurs semaines de travail

Informations acquisition :

- 🐼 Pas de mesure $0.5 - 1 \mu\text{m}$
- 🐼 Faisceau $25 - 30 \text{ KeV}$
- 🐼 Diaphragme $120 \mu\text{m}$

Comparaisons de résultats sur des cristaux analysés sous PU et EBSD

Comparaisons des résultats :

- (1) L'EBSD détecte autant de plans maclés et non-maclés que la PU
- (2) L'EBSD détecte plus de plans maclés que la PU
- (3) L'EBSD ne détecte pas autant de plans maclés que la PU

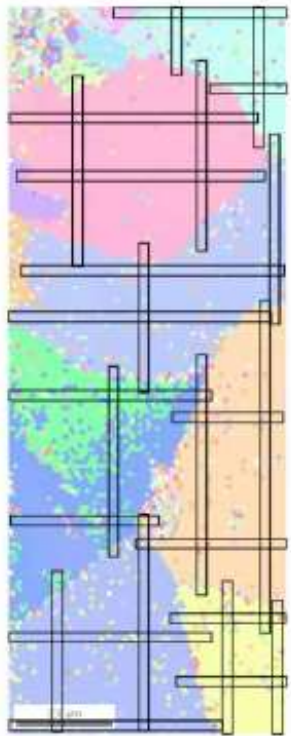


A quelle fréquence?

→ Pas de mesure trop grand

→ Plans de macles ne traversant pas tout le grain

→ Lignes d'analyses trop espacées



Square 2

Informations acquisition :

- 🐼 Pas de mesure 0.5 – 1 μm
- 🐼 Faisceau 25 – 30 KeV
- 🐼 Diaphragme 120 μm

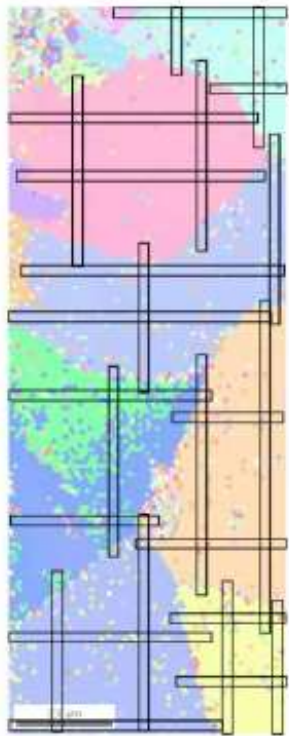
Comparaisons de résultats sur des cristaux analysés sous PU et EBSD

Comparaisons des résultats :

- (1) L'EBSD détecte autant de plans maclés et non-maclés que la PU
- (2) L'EBSD détecte plus de plans maclés que la PU
- (3) L'EBSD ne détecte pas autant de plans maclés que la PU



A quelle fréquence?



Square 2

- Le protocole proposé n'offre pas de meilleur résultat sur la détection de plans maclés ou non maclés que la platine universelle
- Protocole à préférer :
 - Analyses par cristal (pas de lignes)
 - Diminuer le pas de mesure ($\sim 0.1 \mu\text{m}$)

PU

Avantages :

- 🏆 Aucune difficulté de repérage dans l'échantillon
- 🏆 Possibilité de mesurer les plans maclés discontinus
- 🏆 3° d'erreur sur la mesure

Inconvénients :

- 🏆 Quasi-impossible de mesurer des cristaux non-maclés
- 🏆 Long et fastidieux (1 jour / lame)
- 🏆 Erreur sur le statut maclé ou non-maclé

EBSD

Avantages :

- 🏆 Possibilité de mesurer TOUS les cristaux
- 🏆 Plus d'erreur sur le statut maclé ou non maclé
- 🏆 Travail autonome en nocturne
- 🏆 Possibilité de travailler sur des sucres

Inconvénients :

- 🏆 Difficulté de repérage dans l'échantillon
- 🏆 Pour chaque EBSD, détermination nécessaire du référencement du réseau cristallin de la calcite
- 🏆 Mise en application très longue pour des matériaux géologiques

Etude couplée utilisant un EBSD et une imagerie haute résolution MEB (SE)

Imagerie EBSD d'une zone très grande avec un pas de mesure grossier (10 μm)

Imagerie MEB haute résolution (en SE ou BSE)

Information sur l'orientation des cristaux

Détection des plans de macles visibles à la surface de l'échantillon

Code Scilab

Orientation du réseau cristallin + détermination des plans maclés et non-maclés

Merci pour votre attention !



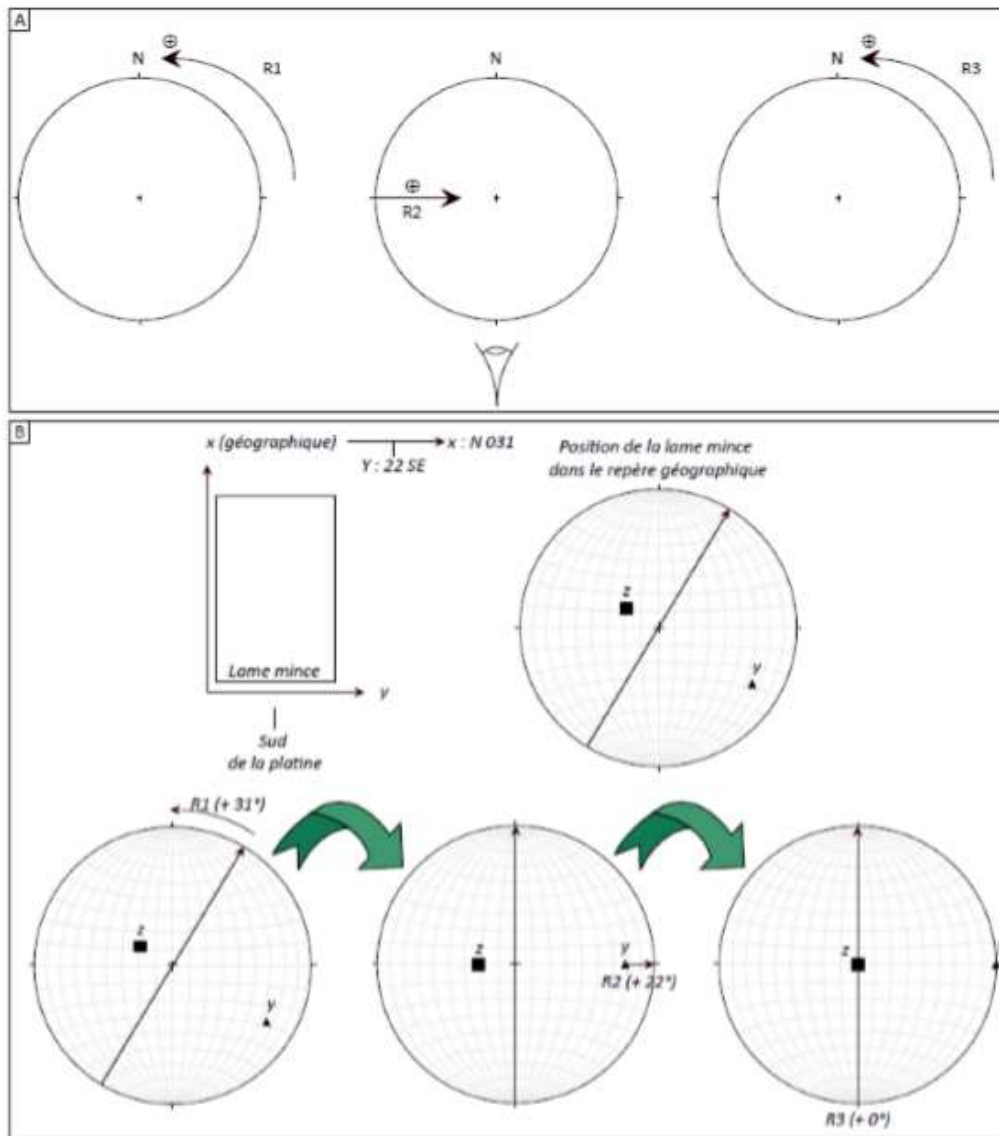
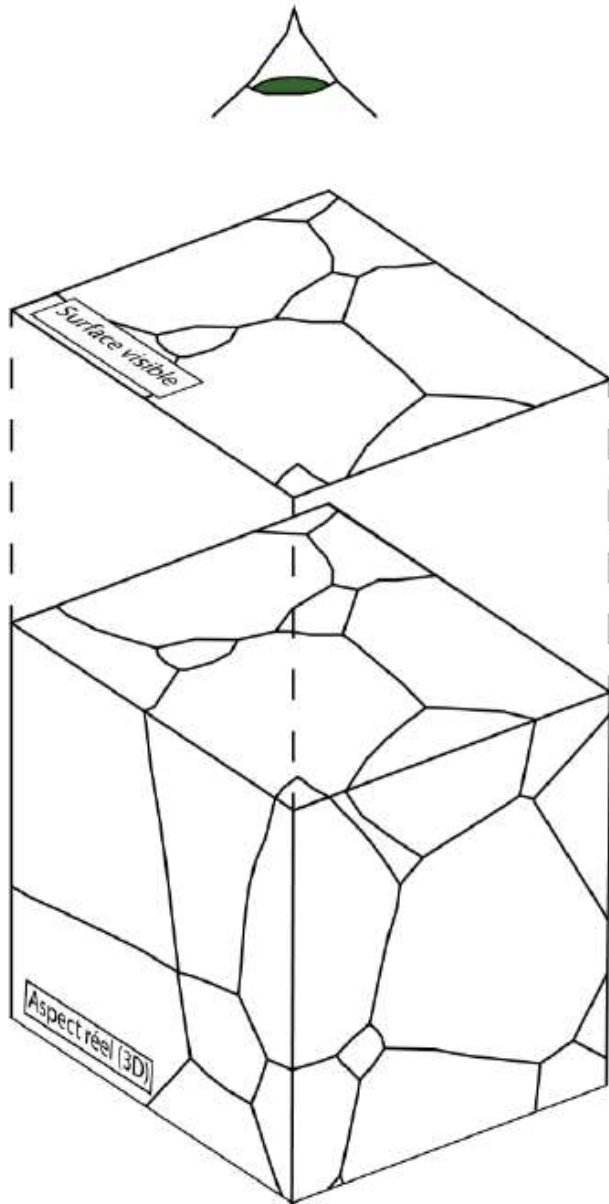


Figure 25 A) Représentation schématique de la manière dont on retrouve les trois rotations à effectuer pour remettre les données dans le repère géographique. B) Un exemple concret de la manière dont sont retrouvées les rotations pour remettre la lame dans le repère géographique. Les rotations sont ici de $+ 31^\circ / + 22^\circ / + 0^\circ$ pour aller du repère géographique à l'actuel et pour faire l'inverse il suffit d'inverser l'ordre et les signes des trois angles obtenus : $0^\circ / - 22^\circ / - 31^\circ$.

Conclusion utilisation de l'EBSD dans le cadre de la collecte de données de macles de la calcite



- Comment déterminer la taille des grains ?
- Comment définir ce qu'est la taille des grains ?