



## 1<sup>ère</sup> journée d'analyse multimodale pour la géologie

Le 4 juin 2019

A la maison internationale de la recherche de l'UCP (site de Neuville sur Oise)

### Programme détaillé des ateliers

**14:00-17:00 : 2 ateliers applicatifs aux choix des participants parmi les 4 proposés**

Chaque atelier durera 1 h30 et sera dupliqué pour pouvoir faire des groupes de 5 à 10 personnes environ.

1<sup>er</sup> atelier : Microscopie électronique pour les analyses minéralogiques automatisées.  
Atelier proposé par la société **ZEISS**



2<sup>ème</sup> atelier : Electron Probe MicroAnalysis Quantitative analysis and latest development.  
Atelier proposé par la société **CAMECA**



3<sup>ème</sup> atelier : La Microscopie Confocale Raman Rapide pour l'étude d'échantillons biominéraux-détermination de polymorphismes de CaCO<sub>3</sub>. Présentation de la technique et analyse didactique sur un échantillon réel. Atelier proposé par la société **WITEC**



4<sup>ème</sup> atelier : La cartographie élémentaire spectrale submicronique par EDS.  
Atelier proposé par la société **SYNERGIE<sup>4</sup> BRUKER**



5<sup>ème</sup> atelier : La cathodoluminescence en géologie  
Atelier proposé par la société **DELMIC**



## Microscopie électronique pour les analyses minéralogiques automatisées présenté par la société Zeiss

Shaun GRAHAM, Adrien VUILLAUME, Jérôme MIALHE

Carl Zeiss SAS, Division RMS, 100 route de Versailles, Marly-le-Roi, France

L'industrie minière joue un rôle essentiel dans le soutien des besoins énergétiques quotidiens des personnes et des entreprises partout dans le monde. Les améliorations de la technologie utilisée par l'industrie sont essentielles pour une extraction efficace des ressources extrêmement utiles telles que le fer, le cuivre et les métaux du groupe du platine (MGP). Les solutions de microscopie analytique ZEISS fournissent à l'industrie minière des informations minéralogiques détaillées en vue d'accroître le rendement et l'extraction des ressources naturelles.

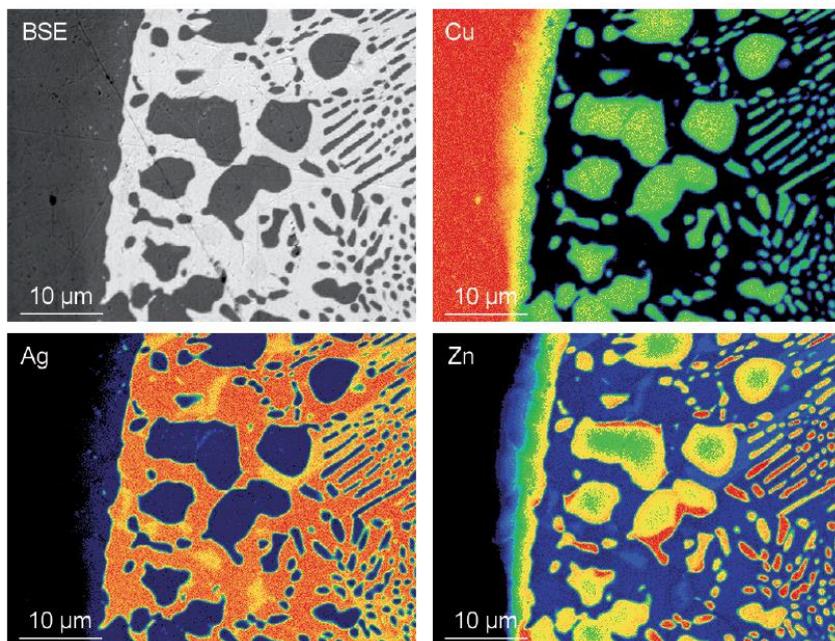


## Electron Probe MicroAnalysis Quantitative analysis and latest development at CAMECA

Anna Bui, Mona P. Moret, Anne-Sophie Robbes, Carl Henderson

CAMECA, 29 quai des Grésillons, Gennevilliers, France

CAMECA leader in scientific instruments has been manufacturing Electron Microprobe (EPMA) since 1958. An introduction on the history of CAMECA from the 1958 to today's SXFiveTactis will be presented. Thanks to its precision, its reproducibility and its stability, Electron Microprobe is a well suited technique for accurately analyzing nearly all chemical elements at concentration levels down to few 10's ppm with a spatial resolution of about 1  $\mu\text{m}$ , which is relevant to microstructures in a wide variety of materials and mineral specimens. The main output of an EPMA analysis is the elemental distribution across the surface as shown in the mappings below:



High-resolution X-ray maps of copper (Cu), zinc (Zn) and silver (Ag) illustrating the interdiffusion zone between the main material (Cu) and the brazing material (Ag-Zn)

The basics of the CAMECA EPMA will be reviewed. Typical EPMA SXFiveTACTIS outputs will be presented in geoscience, metallurgy and materials science. Specific examples dedicated to light elements quantification such as Li and Nitrogen will be reviewed.

**La microscopie confocale Raman rapide pour l'étude d'échantillons biominéraux**  
**Détermination de polymorphismes de CaCO<sub>3</sub>.**  
**Présentation de la technique et analyse didactique sur un échantillon réel**

Philippe Ayasse, Maxime Tchaya,

WITEC, LISE MEITNER STR 6, ULM, ALLEMAGNE

Les biominéraux sont des matériaux hétérogènes qui forment des structures inorganiques-organiques complexes aux propriétés uniques et recherchées. Les propriétés mécaniques, la solubilité et le polymorphisme supérieurs des biominéraux sont obtenus par une construction hiérarchique utilisant des composants organiques pour réguler la précipitation de la phase inorganique. Dans cet atelier, nous présentons les résultats structurels et chimiques obtenus via la microscopie confocale Raman sur les perles et la nacre, deux matériaux précieux pour la bijouterie. Leur forme régulière de minéralisation est l'aragonite, un polymorphe orthorhombique de carbonate de calcium. Chaque plaquette de biocarbonate est un composite poly-granulaire de nano-grains d'aragonite fixés par des protéines. Ces plaquettes ont une forme polygonale de plusieurs centaines de nanomètres d'épaisseur et s'empilent le long de l'axe c avec du «ciment» organique à la chitine. Cette structure en couches produit la perléscence bien connue. La figure 1a montre l'image MEB de telles plaquettes de forme polygonale acquises à partir d'une surface de perle non revêtue en utilisant un détecteur HSBSE. En utilisant ce détecteur, un faible contraste entre les plaquettes individuelles peut également être visualisé avec la forme des plaquettes. L'image Raman codée par couleur acquise à partir de la même zone d'échantillon est représentée sur la figure 1b. Les couleurs de l'image Raman correspondent aux couleurs des spectres Raman présentés à la Fig. 1c. Les trois spectres Raman montrent les bandes Raman caractéristiques de l'aragonite. Cependant, les différences entre ces spectres sont mises en évidence dans l'insert, représentant la zone spectrale des vibrations du réseau de Ca. Les zones les plus claires dans l'image SEM peuvent être facilement corrélées avec les zones rouges de l'image Raman, ce qui indique qu'il existe un arrangement anisotrope des plaquettes dans la perle (figure 1d). Une intercalation d'oligo-éléments peut être exclue car aucune des bandes de Raman ne présente d'élargissement ou de décalage.

Un résultat similaire peut être montré à partir d'une section de nacre polie, composée également de plaquettes d'aragonite. Dans cette expérience, cependant, l'empilement des plaquettes a été analysé. Une telle anisotropie peut être trouvée sur plusieurs piles le long de l'axe c de la nacre.

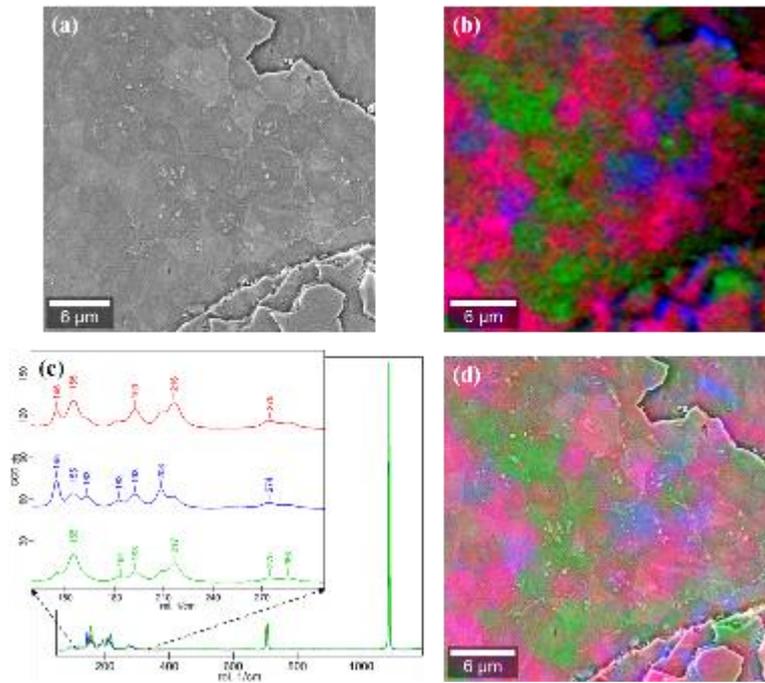
L'exemple présenté met en évidence le pouvoir de la microscopie RISE pour l'analyse de matériaux composites constitués d'un seul polymorphe de carbonate de calcium en termes d'arrangement structural et anisotrope des plaquettes dans des matériaux nacrés.

Références :

[1] J. Jiruše, M. Haničinec, M. Havelka, O. Hollricher, W. Ibach, and P. Spizig, *J. Vac. Sci B* 32 (2014).

[2] J. S. Mangum, L. H. Chan, U. Schmidt, L. M. Garten, D. S. Ginley, and B. P. Gorman, *Ultramicroscopy* (2017) submitted

[3] G. Wille, X. Bourrat, Y. Lefrais, U. Schmidt, EMAS 2017 - 15th European Workshop and IUMAS-7 Meeting, May 2017, Konstanz, Germany



**Figure 1.** RISE microscopy study with a Sigma300-RISE of a pearl: (a) SEM image of the aragonite platelets acquired under low vacuum conditions with the HSBSE detector at 7 kV. (b) Color Raman image evaluated from a 2D-array of 120 x 120 complete Raman spectra (integration time: 0.2 s/spectrum, excitation laser: 532 nm, 50 mW). (c) Raman spectra evaluated from the 2D spectral array. (d) RISE image of the analyzed sample area.

# La cartographie élémentaire spectrale submicronique par EDS

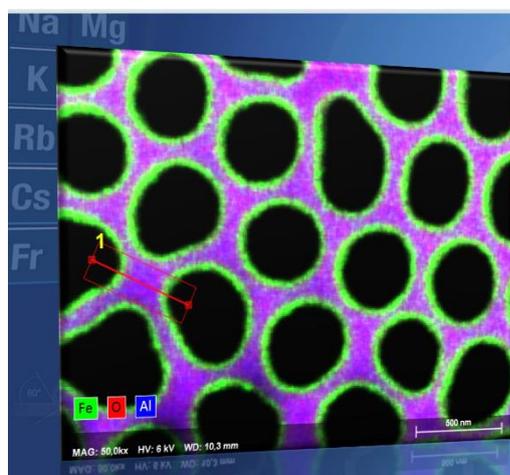
Philippe Lasson

Synergie<sup>4</sup>, 10, rue du Bois Chaland, Lisses

## SYNERGIE<sup>4</sup>



### Cartographies spectrales submicroniques par spectrométrie à sélection d'énergie au MEB



Philippe LASSON Synergie4



Innovation with Integrity