



## **1<sup>ère</sup> journée μanalyse 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 conférences scientifiques (8 :30-12 :40)**

- 8:30-9:00 : Accueil
- 9:00-9:20: Discours d'accueil par Frédéric Vidal (VP recherche de l'UCP) et Philippe Robion (Directeur d'I-Mat)
- 9:20-10:00: Microscopie électronique et analyse multimodale : apports et développements par Guillaume Wille du BRGM
- 10:00-10:20: Raman spectroscopy: a powerful tool for geological studies par Andrea Schito de l'université de Rome
- 10:20-10:40: Microscopie corrélative et traitement d'images pour la réalisation de cartographies minéralogiques automatisées par Eric Pirard de l'université de Liège
- 10:40-11:00: Applications de la tomographie X et microtomographie X dans le domaine des géosciences par Elisabeth Rosenberg de l'IFPEN
- 11:00-11:20 : PAUSE
- 11:20-11:40: Spectroscopies vibrationnelles et d'absorption utilisant source laser et rayonnement synchrotron: synergie entre Raman, Infrarouge et Fluorescence par Paul Dumas de SOLEIL
- 11:40-12:00: Analyse des éléments trace à la microsonde électronique : état de l'art et application à la pétrologie-minéralogie par Michel Fialin de Sorbonne Université
- 12:00-12:20: l'Apport des outils chimiométriques pour le traitement des données Introduction à l'analyse en composantes principales (ACP) par Jean-François Bardeau de le Mans Université
- 12:20-12:40: Utilisation de la cathodoluminescence en microscopie électronique : application à l'étude des matériaux géologiques par Andrei Lecomte de l'Université de Lorraine

# Microscopie électronique et analyse multimodale : apports et développements

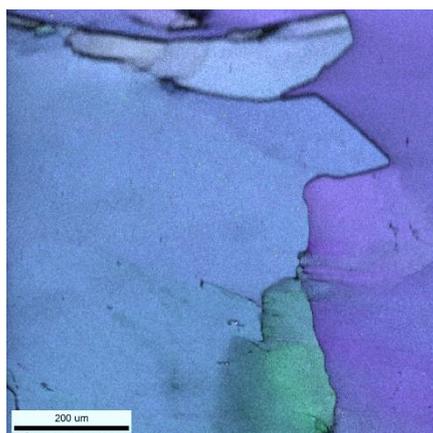
Guillaume WILLE

BRGM, 3 av. Claude-Guillemin, Orléans

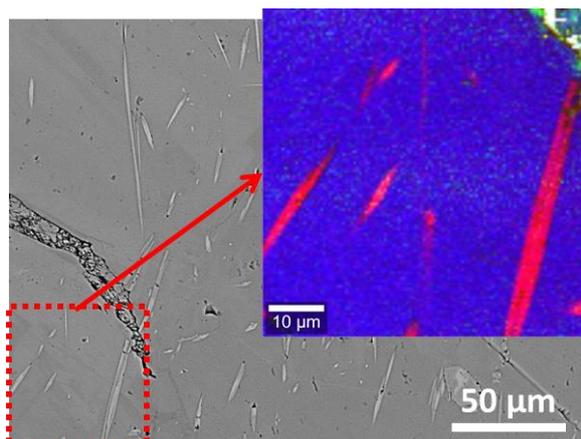
Né dans les années 30, le MEB est devenu, depuis les années 60 et l'apparition du 1er appareil commercial, un outil incontournable pour la caractérisation des matériaux à l'échelle micro- voire nanoscopique. Couplé à la microanalyse EDS et WDS, il s'est imposé comme une technique d'observation et d'analyse incontournable. De nombreuses évolutions technologiques qui en ont accru les performances (résolution, détections, capacités d'observation...)

Mais à côté du MEB-EDS, aujourd'hui très répandu dans de nombreux laboratoires, sont apparus différentes évolutions. Le MEB permet d'accéder à de nouvelles méthodes de caractérisation (telle que l'analyse de phase et d'orientation cristallographique, par EBSD). On peut également citer l'intégration d'expérimentations dans la chambre d'observation qui en font un « micro-laboratoire » (couplage faisceaux d'électrons / d'ions, essais mécaniques in-situ).

Parmi ces développements, Le couplage de techniques d'analyse et d'imagerie analytique permet d'accéder à un large panel d'informations sur un seul et unique système, sur le même échantillon et la même zone d'observation. Cela permet de compléter le panel d'informations d'imagerie et d'analyse élémentaire du MEB-EDS par d'autres techniques qui étendent le champ et la nature des données accessibles. On peut citer la micro-fluorescence X ( $\mu$ -XRF) ou l'implantation d'un TOF-SIMS sur un MEB-FIB qui permettent l'analyse d'éléments en trace, la micro-tomographie X pour l'analyse 3D, ou encore l'intégration de la micro-spectroscopie Raman qui permet d'accéder à un large panel d'informations de chimie structurale, complémentaires de la chimie élémentaire obtenue par l'EDS. Cet exposé présente ces évolutions technologiques et développements récents illustrés par différents exemples, notamment dans le champ des géosciences.



Cartographie d'orientation cristalline par EBSD sur un nodule de Pyrite ( $\text{FeS}_2$ )



Fibres d'actinolite-amiante dans une matrice minérale  
Image MEB (BSE) et cartographie Raman

# Raman spectroscopy: a powerful tool for geological studies

Andrea Schito

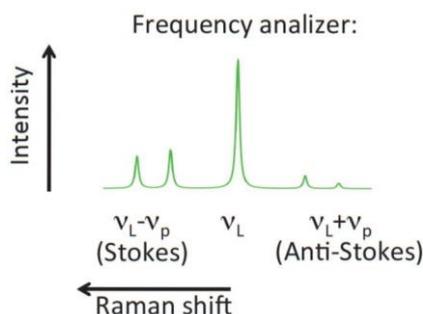
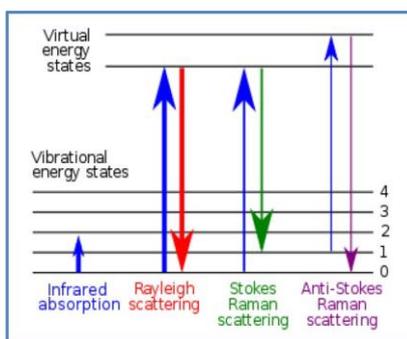
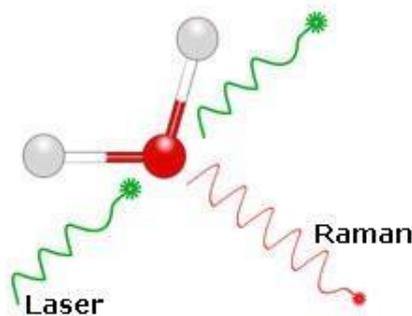
Dipartimento di Scienze, Sezione di Geologia, Università degli Studi Roma Tre, L.go S. Leonardo Murialdo 1, Roma, Italy

Raman spectroscopy has shown in the last year to be a suitable tool for many different fields in Earth Sciences. This technique takes his name from the Nobel Prize C. Raman that first observed in 1928 the inelastic scattering during the irradiation of a sample by an intense monochromatic laser beam. The “Raman scattering” is due to various elementary excitations where the energy is lost or gained during the scattering process. For this reason Raman spectra can be used as “fingerprint” for different materials.

First applications of Raman spectroscopy in geological studies come from gemmology and mineralogy since it provides a strong non-destructive method particularly suitable in the analyses of precious and unique materials. Nevertheless, nowadays it is applied in many different fields comprising volcanology, petrography, sedimentary geology and planetary sciences.

In this presentation will be explored the different applications of Raman spectroscopy to geological studies highlighting the main innovations and advances that it brought.

A particular focus will be given to the impact of this technology in the study on the evolution of sedimentary basins passing from provenance studies to the assessment of thermal maturity of sediments by means of the analyses of dispersed organic matter.

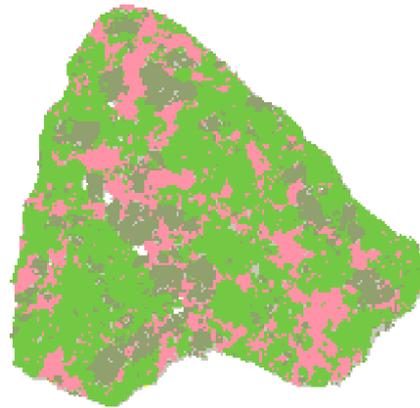
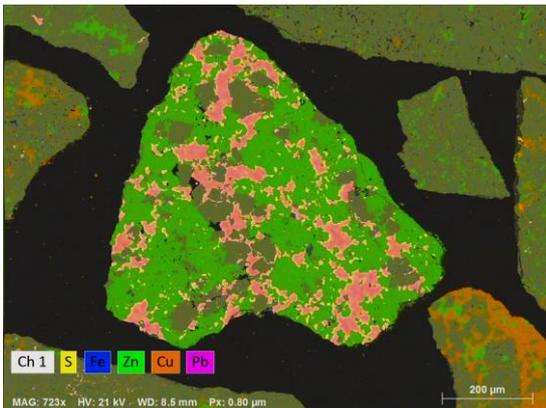
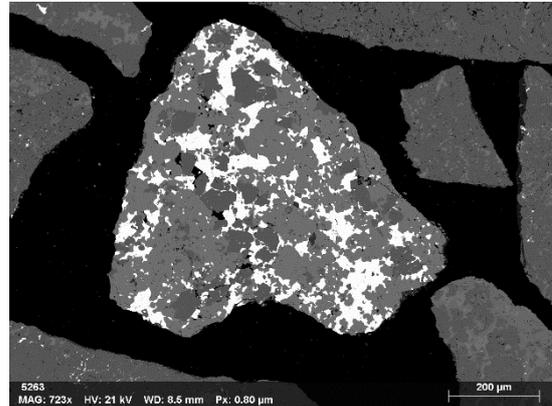


# Microscopie corrélative et traitement d'images pour la réalisation de cartographies minéralogiques automatisées

Eric PIRARD

GeMMe, Faculté des Sciences Appliquées, 9 Allée de la Découverte, Campus Sart Tilman, B52, Liège,  
Belgique

La réalisation de cartographies minéralogiques de sections de roches par le biais de microscopes électroniques à balayage (MEB) équipés d'analyseurs EDX s'est largement répandue au cours des dernières années (QEM-SCAN ; MLA ; TIMA ; INCA-MINERAL ; MINERALOGIC ;...). Toutefois, cette technique reste très largement tributaire de l'expertise de l'opérateur et de sa connaissance préalable du contexte minéralogique. L'utilisation de la microscopie corrélative (optique + BSE + EDX) permet d'envisager le développement de stratégies d'analyse plus rapides et plus précises. Les développements les plus récents en classification et en intelligence artificielle devraient également permettre d'obtenir des cartographies plus exactes tout en minimisant l'intervention humaine.



|       |            |              |            |                    |              |
|-------|------------|--------------|------------|--------------------|--------------|
| 100µm | Andalusite | Calcite      | Ilmenite   | Pyrite             | Rutile       |
|       | Ankerite   | Chalcocite   | Kaolinite  | Pyrope / Almandine | Sphalerite   |
|       | Biotite    | Chalcopyrite | Muscovite  | Pyroxene           | Tetrahedrite |
|       | Bornite    | galena       | Paragonite | Quartz             | Unclassified |

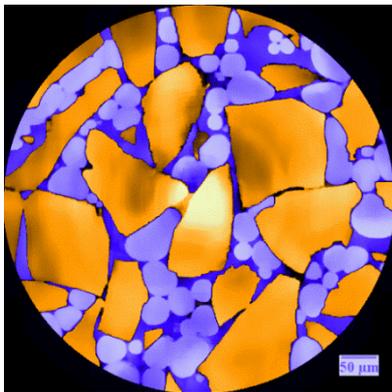
Image en lumière réfléchi, en électrons rétrodiffusés et en RX énergie dispersive (EDX) d'une même particule de minerais de cuivre

# Applications de la tomographie X et microtomographie X dans le domaine des géosciences

Elisabeth Rosenberg

IFP Energies nouvelles, 1 et 4 avenue de Bois-Préau, Rueil-Malmaison

La tomographie X est une technique très complémentaire de la microscopie. Elle permet de couvrir une large gamme d'échelles et ses caractéristiques les plus recherchées sont les informations sur la structure interne des matériaux, sur la connectivité des réseaux poreux ou des phases composant le matériau, et la possibilité de suivre in situ des évolutions d'un échantillon sous sollicitation (sous écoulement, réactif ou non, sous contrainte de pression ou autre...). Différents exemples d'application aux géosciences seront présentés, du modèle analogique aux écoulements sous scanner médical jusqu'à la caractérisation des milieux poreux à l'échelle du pore par microtomographie X de laboratoire ou sous rayonnement synchrotron. Ces descriptions de milieux poreux 3D à des échelles spatiales et temporelles multiples permettent d'interpréter plus finement les expériences de laboratoire et leur extrapolation à des échelles beaucoup plus grandes.



Images en micro-tomographie X synchrotron (ESRF)



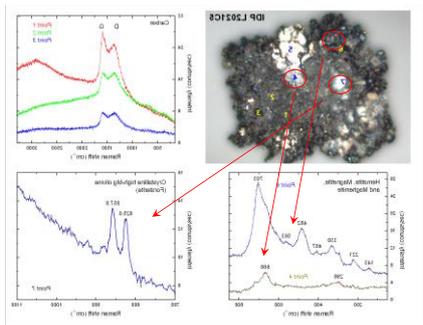
Expérience d'écoulement sous scanner X en laboratoire d'une mousse en écoulement dans un milieu poreux 3D

# Spectroscopies vibrationnelles et d'absorption utilisant source laser et rayonnement synchrotron: synergie entre Raman, Infrarouge et Fluorescence

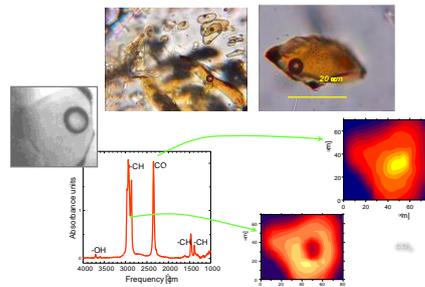
Paul Dumas

SOLEIL Synchrotron Facility, L'Orme des Merisiers, Gif Sur Yvette

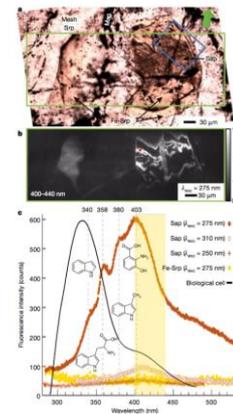
La science des matériaux, comme celle du reste des sciences du vivant, des atouts des spectroscopies vibrationnelles et de la spectroscopie de fluorescence pour compléter les informations obtenues concernant la structure et composition chimique ce ceux-ci. Leur complémentarité est souvent recherchée. Dans cet exposé, nous présenterons les avantages qu'apporte le rayonnement synchrotron dans les études de microscopie infrarouge et de fluorescence, et nous nous focaliserons sur leur complémentarité. Cette dernière n'est pas unique à l'utilisation de la source synchrotron, et cet exposé a pour but de mettre l'accent sur les atouts d'employer ces méthodes, en particulier en géologie.



Microscopie Raman d'une particule interstellaire



Microscopie infrarouge par rayonnement synchrotron d'inclusions dans des roches



Autofluorescence UV avec source synchrotron pour identification de composés organiques dans des roches profondes

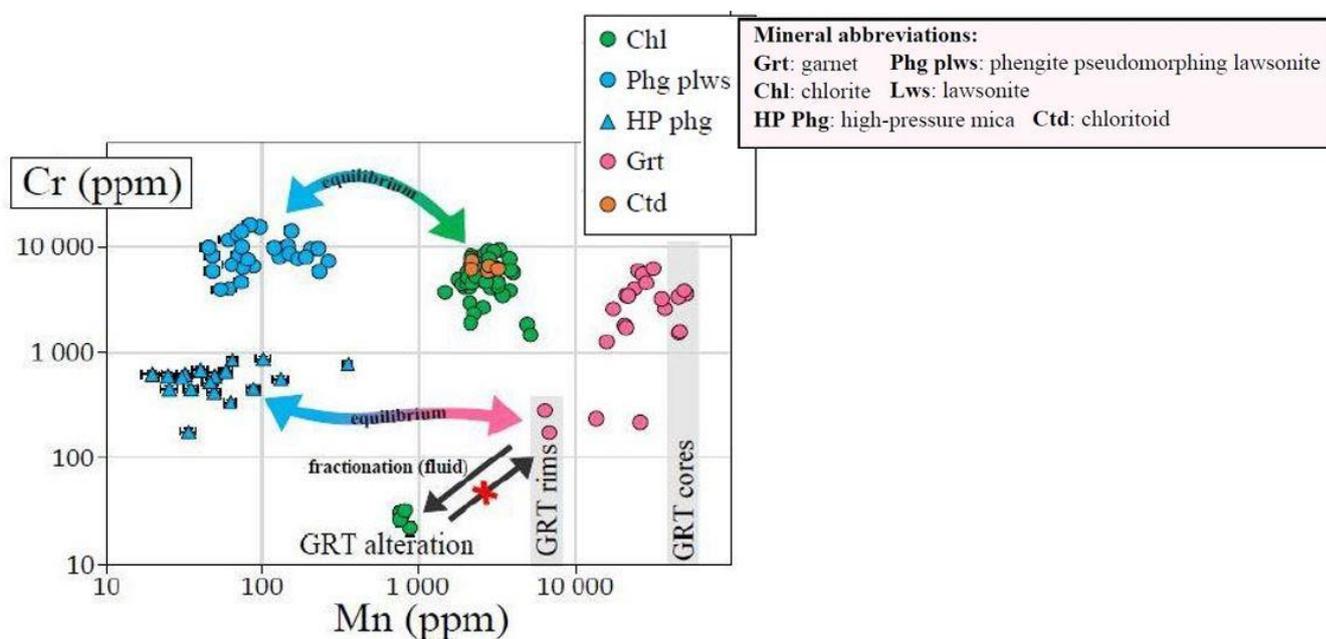
# Analyse des éléments trace à la microsonde électronique :

## Etat de l'art et application à la pétrologie-minéralogie

Michel Fialin<sup>1</sup>, Benoît Dubacq<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Service CAMPARIS, campus Jussieu, Paris. E-mail : [michel.fialin@upmc.fr](mailto:michel.fialin@upmc.fr). <sup>2</sup> Sorbonne Universités, UPMC Univ. Paris 06, CNRS, Institut des Sciences de la Terre de Paris (ISTeP), campus Jussieu, Paris. E-mail : [benoit.dubacq@upmc.fr](mailto:benoit.dubacq@upmc.fr)

L'utilisation de la microsonde électronique pour l'analyse des éléments trace a pris un considérable essor depuis deux décennies. Ceci est en grande partie dû à la grande stabilité des spectromètres et des colonnes électroniques délivrant des tensions d'accélération et des courants sonde élevés (jusqu'à 30kV et quelques  $\mu$ A). Le développement de cristaux monochromateurs à larges surfaces, permettant d'accéder à de très fort taux de comptage, ainsi que de logiciels performants, intégrant en particulier des modèles analytiques de traitement des interférences spectrales et de fond continu, ont également participé à cet essor. A l'heure actuelle, les limites de détections atteignables sont, par exemple, de l'ordre de quelques ppm pour les émissions K $\alpha$  des éléments de transition de la 1<sup>ère</sup> série (Sc  $\rightarrow$  Zn). Parmi ces éléments, certains comme Ti, V, Cr, Mn, Ni, Zn, présent en faibles concentrations dans quelques minéraux comme le grenat, la chlorite, la phengite, donnent de précieuses informations pétrographiques pour comprendre l'histoire de l'évolution des roches métamorphiques en zone de subduction. L'exemple présenté sur la figure ci-après montre le comportement Cr vs. Mn d'un assemblage de minéraux constituant des métapélites (Schistes Lustrés, Alpes). L'analyse de ces deux éléments en trace a permis d'établir une altération d'une certaine population de grenats par un fluide (Cr ~ 30ppm) ainsi que l'équilibre mica-grenat non altéré ( $30 < \text{Mn} < 100$ ppm dans micas).



TRACE ELEMENTS IN METAPELITES: Partitioning, Imaging and Use for Thermobarometry

BENOÎT DUBACQ<sup>1\*</sup>, VINCENT DE ANDRADE<sup>2</sup> & ALEXIS PLUNDER<sup>3</sup>

<sup>1</sup> CNRS-ISTeP, UMR 7193, Univ. Paris 6, case 129, 4 Place Jussieu, 75252 Paris France  
<sup>2</sup> APS Argonne National Laboratory 9700 South Cass Ave, Bldg 438-B007 Lemont, IL, 60439  
<sup>3</sup> Dept. of Earth Sciences, Utrecht University, Heidelberglaan 2, 3584CS Utrecht, The Netherlands

\*correspondence: [benoit.dubacq@upmc.fr](mailto:benoit.dubacq@upmc.fr)

Institut des Sciences de la Terre de Paris  
**ISTeP**  
UMR 7193 . UPMC - CNRS

# Apport des outils chimiométriques pour le traitement des données

## Introduction à l'analyse en composantes principales (ACP)

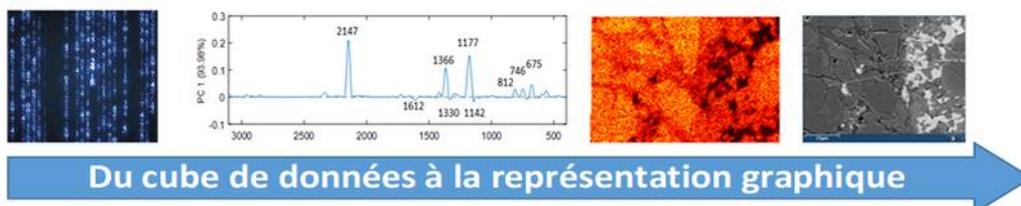
Jean-François BARDEAU

Institut des Molécules et Matériaux du Mans, UMR CNRS 6283 Faculté des Sciences

Le Mans Université, Avenue Olivier Messiaen, Le Mans

Il existe un grand nombre de méthodes pour analyser des données. Elles sont généralement spécifiques aux techniques de mesure et fonction des domaines dans lesquels on travaille. Des méthodes d'analyse de données multivariées (chimiométrie) se sont développées et ont été appliquées à de nombreux domaines de la chimie analytique et aux méthodes spectroscopiques telles que la diffusion Raman, FT-IR, NIR, RMN, RPE,... Aujourd'hui, elles permettent d'extraire facilement de l'information au sein de tableaux difficilement lisibles à l'état brut. Parmi toutes ces techniques, l'analyse en composante principale (ACP) est certainement l'une des techniques les plus répandues car elle permet de réduire la dimensionnalité des jeux de données, d'identifier des groupes d'échantillons et de déterminer et quantifier les liens entre des variables mesurées.

Des exemples seront présentés en infrarouge, Raman, diffraction de rayons X et analyse d'imagerie EDX et afin de susciter des discussions scientifiques.



## Utilisation de la cathodoluminescence en microscopie électronique :

### Application à l'étude des matériaux géologiques

Andreï Lecomte,

Université de Lorraine, Laboratoire GeoRessources – SCMEM

La luminescence est un phénomène complexe qui correspond à l'émission de lumière lors de la relaxation d'un système précédemment excité. La cathodoluminescence, en particulier, est émise par un matériau soumis au bombardement d'un faisceau d'électrons et constitue un outil efficace pour l'étude des échantillons géologiques. Les systèmes de cathodoluminescence peuvent être installés sur un microscope électronique à balayage pour obtenir une image ou un spectre de luminescence de l'échantillon. Le signal obtenu peut être notamment relié à la présence de défauts ou d'éléments en substitution dans le réseau de certains cristaux. Dans le domaine des géosciences, l'imagerie de cathodoluminescence permet d'observer des textures habituellement inaccessibles en microscopie optique ou électronique standard. Les périodes de croissance, d'altération, de fracturation, de scellement laissent en effet des traces sur la cristallinité et la chimie des minéraux. Complétée par d'autres techniques analytiques (microsonde électronique, LA-ICP-MS, sonde ionique), la cathodoluminescence permet ainsi de retracer l'histoire des minéraux.

