



## Couplage MEB-Raman: un système innovant et performant pour la minéralogie

Nicolas Maubec, Abdeltif Lahfid, Guillaume Wille, Catherine Lerouge, Xavier Bourrat

### ► To cite this version:

Nicolas Maubec, Abdeltif Lahfid, Guillaume Wille, Catherine Lerouge, Xavier Bourrat. Couplage MEB-Raman: un système innovant et performant pour la minéralogie. 13ème colloque de la Société Française des Microscopies, Jul 2013, Nantes, France. hal-00824159

HAL Id: hal-00824159

<https://hal-brgm.archives-ouvertes.fr/hal-00824159>

Submitted on 21 May 2013

**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.

# Couplage MEB-Raman : un système innovant et performant pour la minéralogie

N. Maubec<sup>1\*</sup>, A. Lahfid<sup>1</sup>, G. Wille<sup>1</sup>, C. Lerouge<sup>1</sup> et X. Bourrat<sup>1</sup>

<sup>1</sup>BRGM, Bureau de Recherches Géologiques et Minières, 3 avenue Claude Guillemin, BP 36009, 45060 Orléans cedex 2

\*N.Maubec@brgm.fr; Téléphone : 0238643592; Fax : 0238643925

## 1. INTRODUCTION

Dans le domaine des Géosciences, le microscope électronique à balayage (MEB), associée à la microanalyse élémentaire EDS, est devenue un outil indispensable pour la caractérisation de phases et de textures dans les roches et matériaux. Récemment, l'apport des caméras EBSD (Electron BackScattered Diffraction) et les progrès continuels de traitements des données cristallographiques ont constitué une source de progrès dans la compréhension de la genèse ou de la déformation des minéraux, par exemple. En 1988, Truchet et Delhaye [1] proposent la description d'un système optique permettant la réalisation d'analyses par spectroscopie Raman dans une microsonde électronique. De tels dispositifs sont désormais disponibles et permettent de coupler la spectroscopie Raman à la même échelle et sur la même particule que celle observée sous le faisceau d'électrons du MEB. De cette manière il est possible de corréler des informations de morphologie, de chimie élémentaire et structurale en les associant à la variété des contrastes rendus possible par l'imagerie électronique (SE, BSE, STEM) ou photonique comme la cathodoluminescence. De tels systèmes ont montré leur efficacité pour la caractérisation d'échantillons biologiques [2] ou dans des applications de police scientifique [3].

Cette étude montre l'intérêt d'utiliser ce type de couplage sur l'exemple des alunites, un minéral que l'on a récemment détecté sur Mars. L'intérêt des minéraux du supergroupe de l'alunite est lié à leur présence dans différents environnements, métamorphiques, sédimentaires, magmatiques, hydrothermaux ou dans les sols, ainsi que leur grand domaine de stabilité (pH, température, redox) [4]. Dans ces environnements, ces minéraux sont des pièges potentiels d'éléments toxiques tels que les métaux lourds, les radionucléides ou les terres rares et sont susceptibles de jouer un rôle important dans le transport de ces éléments dans l'environnement.

## 2. RESULTATS

### 2.1 Conditions expérimentales

L'échantillon étudié est une roche hydrothermale (Boukovo, Bulgarie) située dans un contexte d'altération acide en contexte volcanique. Il est principalement constitué de quartz, de kaolinite, et de minéraux du supergroupe de l'alunite. Une lame mince polie de cette roche a été réalisée en vue d'une caractérisation par MEB/EDS et micro-spectroscopie Raman.

Les analyses par micro-spectroscopie Raman ont été réalisées à l'aide d'un micro-spectromètre Raman Renishaw InVIA Reflex équipé d'un laser argon ( $\lambda_0 = 514,5$  nm) comme source d'excitation. Ce micro-spectromètre est couplé à un MEB-FEG à pression contrôlée (MIRA 3 XMU – TESCAN), en utilisant une interface de couplage (SEMSCA – RENISHAW). Cette interface de couplage consiste à insérer, entre la pièce polaire du MEB et l'échantillon, un miroir parabolique rétractable qui va permettre de : 1) focaliser le faisceau laser incident vers l'échantillon et 2) rediriger le signal Raman émis vers le micro-spectromètre Raman. En présence du miroir parabolique, les observations de l'échantillon sont rendus possibles grâce à la présence d'un trou au sein du miroir, laissant passer le faisceau d'électrons.

Les observations sont réalisées à l'aide d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés fonctionnant en mode pression contrôlée ( $p=20$  Pa) à 25 kV. Dans ces conditions, l'échantillon n'est pas métallisé, ce qui permet d'éviter les artefacts possibles liés à une couche conductrice sur le signal Raman. Les analyses élémentaires sont obtenues à l'aide d'un système de microanalyse EDS (EDAX TEAM) équipé d'un détecteur SDD.

### 2.2 Application du système de couplage : analyses de minéraux micrométriques

Un exemple de caractérisation d'un échantillon de roche est présenté sur la figure 1. Sur cette figure, les images 1a et 1b montrent la zone étudiée observée par microscopie optique et par microscopie électronique à balayage. Cette comparaison met en évidence la difficulté d'identifier les phases minérales de la roche en optique, les grains ayant une

taille globalement inférieure à 20 µm. Au contraire, l'image en électrons rétrodiffusés (Figure 1b) de la même zone permet clairement d'identifier les différentes phases minérales de l'assemblage et de mettre en évidence une phase très contrastée, présente en traces au cœur des grains d'alunite.

Les analyses EDS sur l'alunite (point 1) et sur la phase contrastée (point 2) révèlent des différences de composition notamment par la présence d'éléments supplémentaires tels que P, Ca et Sr dans la phase 2 par rapport à la phase 1 (Figure 1c). Toutefois, seules, les analyses chimiques élémentaires ne permettent pas de décrire totalement les deux phases. Dans ce contexte, l'utilisation du système de couplage devient alors indispensable puisqu'il va permettre d'acquérir des spectres Raman aux mêmes points que ceux des analyses élémentaires. Les spectres Raman obtenus apportent une information sur la structure cristalline et permettent de compléter l'identification des deux phases analysées par comparaison avec des spectres de référence. Les résultats permettent de conclure que les phases 1 et 2 sont respectivement une alunite sensu stricto ( $KAl_3(SO_4)_2(OH)_6$ ) et une phase de type woodhouseite ( $CaAl_3(PO_4)(SO_4)(OH)_6$ ). La qualité des spectres permet d'identifier ces phases sans ambiguïté et avec une grande précision, alors que ceci aurait été impossible avec un micro-spectromètre Raman conventionnel, c'est-à-dire un spectromètre Raman associé à un microscope optique.

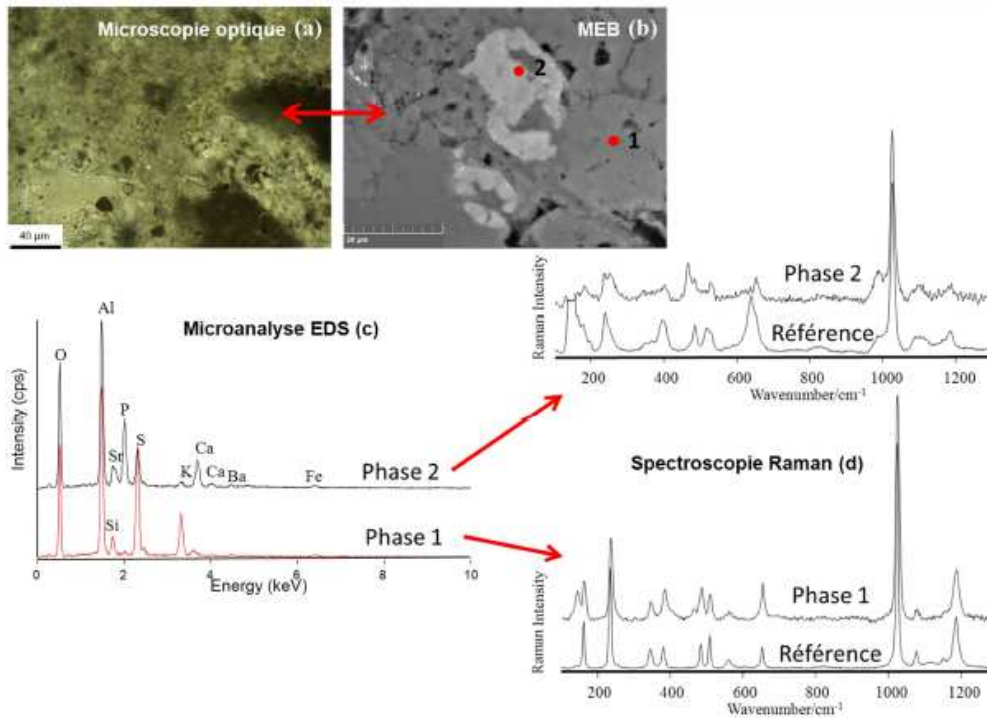


Figure 1. Zone de l'échantillon de roche observée par microscopie optique (a) et microscopie électronique à balayage (BSE) (b), puis caractérisée en 2 points par microanalyse EDS (c) et spectroscopie Raman (d)

### 3. CONCLUSION

Nous avons utilisé l'interface de couplage Raman-in-SEM de type SEMSCA de Renishaw. Dans cet exemple nous montrons comment la résolution en imagerie du MEB associée à l'analyse élémentaire de l'EDS et l'identification des phases cristallines en Raman sur le même grain (ou phase) permet une caractérisation minéralogique complète dans une roche à granulométrie fine, où les contours de grains sont difficilement cernés en microscopie optique.

### REFERENCES

- [1] Truchet, M., Delhaye, M. *Journal De Microscopie Et De Spectroscopies Electroniques*, **13**, 167-175 (1988).
- [2] Jarvis, R.M., Brooker, A., Goodacre, R. *Analytical Chemistry*, **76**, 5198-5202 (2004)
- [3] Otieno-Alego, V. *Journal of Raman Spectroscopy*, **40**, 948-953 (2009)
- [4] Dill, H.G., *Earth-Science Reviews*, **53**, 35 (2001)