



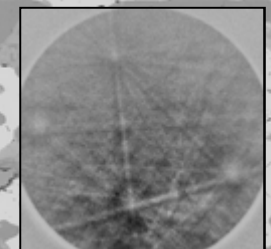
Analyse combinée EDS et EBSD appliquée en minéralogie à l'obtention de cartographies d'orientation grand champ

Gilles Morvan – Laboratoire d'Hydrologie et de Géochimie de Strasbourg (LHyGeS, UMR 7517)
gmorvan@unistra.fr

Jean-Emmanuel Martelat – Laboratoire de géologie de Lyon : Terre, planètes et environnement (UMR 5276)

Karim Malamoud – Institut des Sciences de la Terre (ISTerre, UMR 5275 – Grenoble)

Karel Schulmann – Institut de Physique du Globe de Strasbourg (IPGS, UMR 7516)

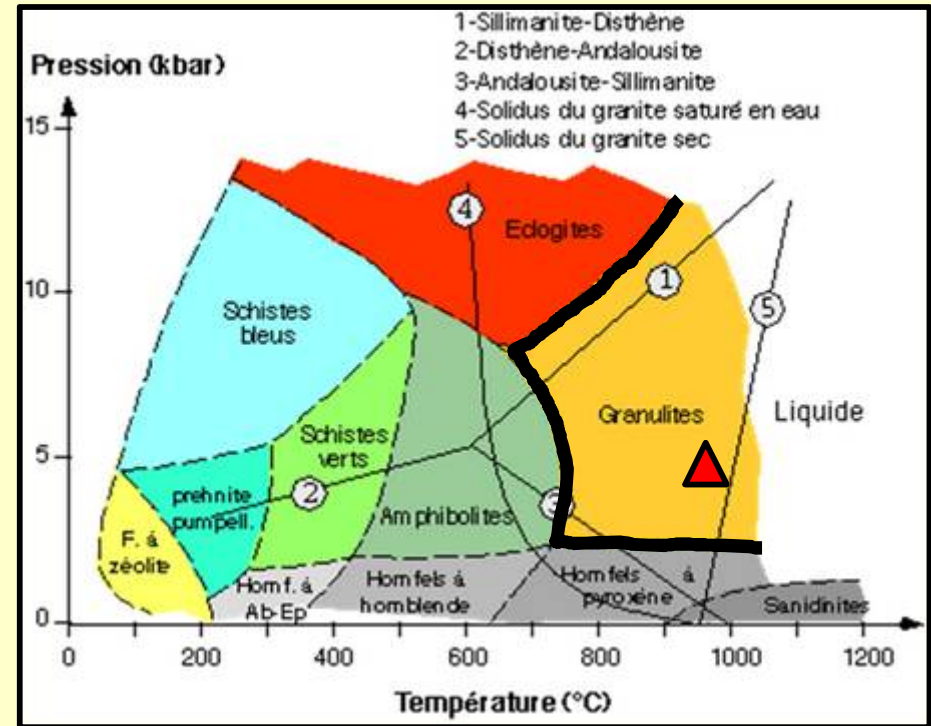
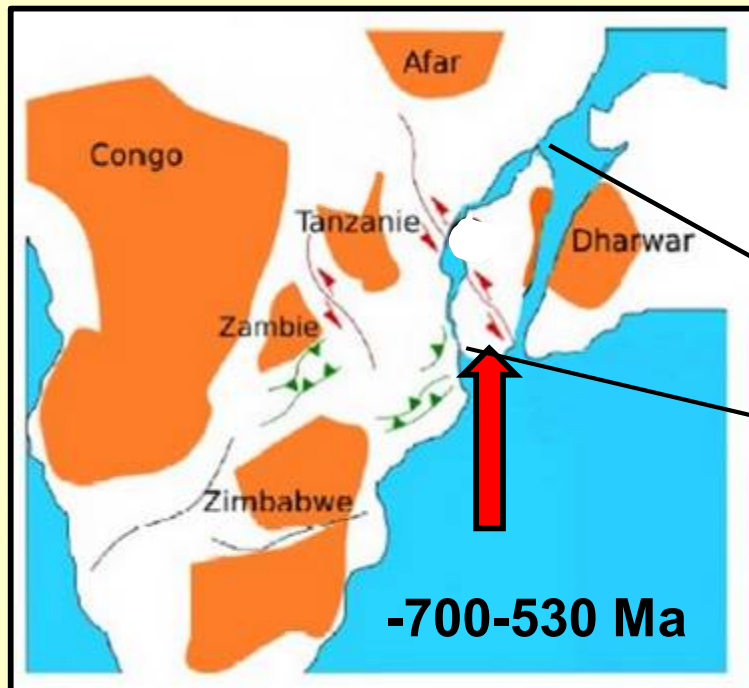


- **Contexte de l'étude**
- **Matériels et méthodes**
 - ✓ **Préparation des échantillons**
 - ✓ **Microscope - conditions analytiques - spécificités EBSD**
 - ✓ **Paramètres de scan : dimensions - échantillonnage**
- **Minéraux présents – hypothèses simplificatrices**
- **Résultats EBSD**
 - ✓ **Qualité des diagrammes de diffraction**
 - ✓ **Indexations EBSD – cartographie de phases - conclusions partielles**
- **Couplage EDS et EBSD - Filtres EDS**
- **Comparaison des résultats EBSD / EDS+EBSD**
 - ✓ **Minéraux accessoires et fractures**
 - ✓ **Quartz, grenat et feldspaths**
- **Conclusions**

CONTEXTE DE L'ÉTUDE

Mécanismes de déformation de grenats plastiques à HP/HT (~5 kbars / 950°C)

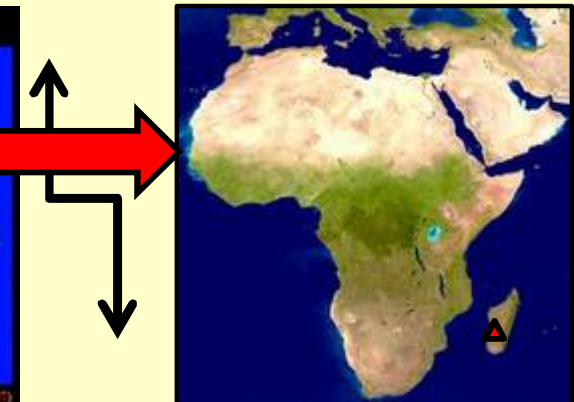
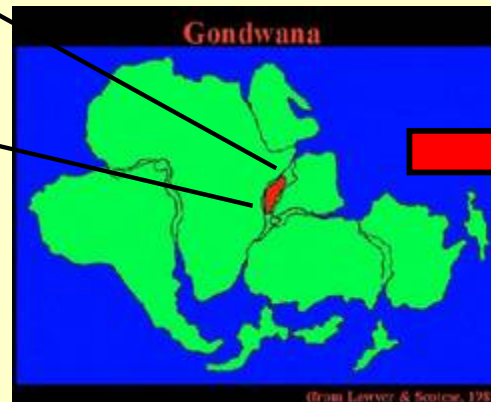
Roches quartzo-feldspathiques
Sud-Est de Madagascar
~550 Ma
Zone de cisaillement



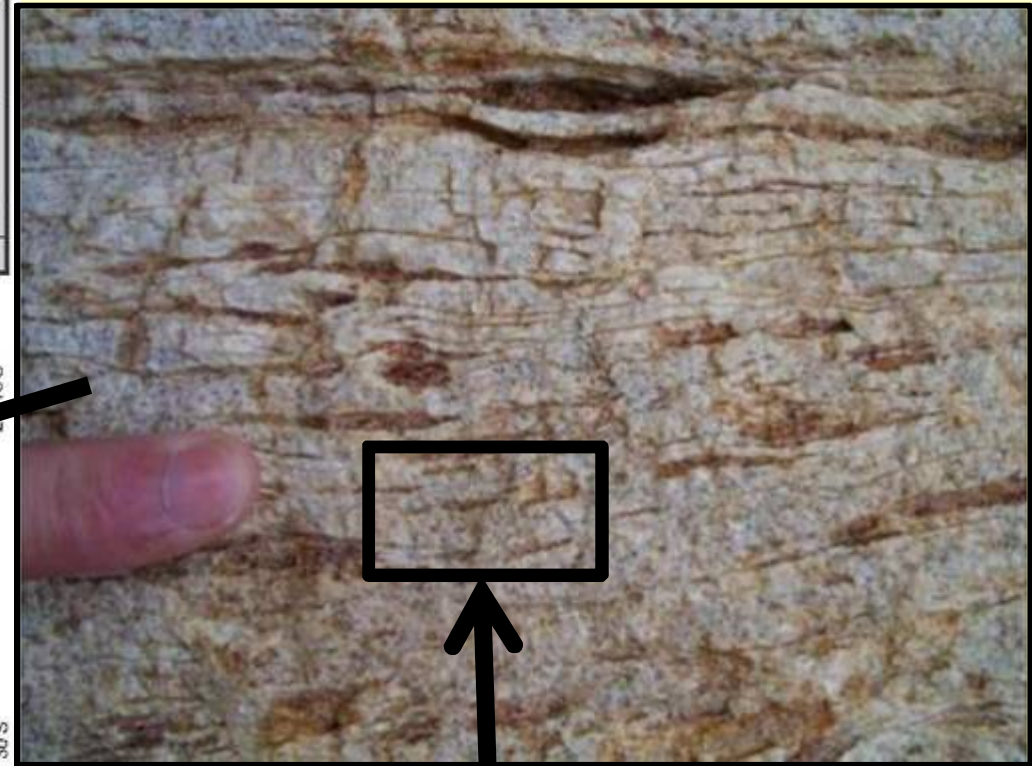
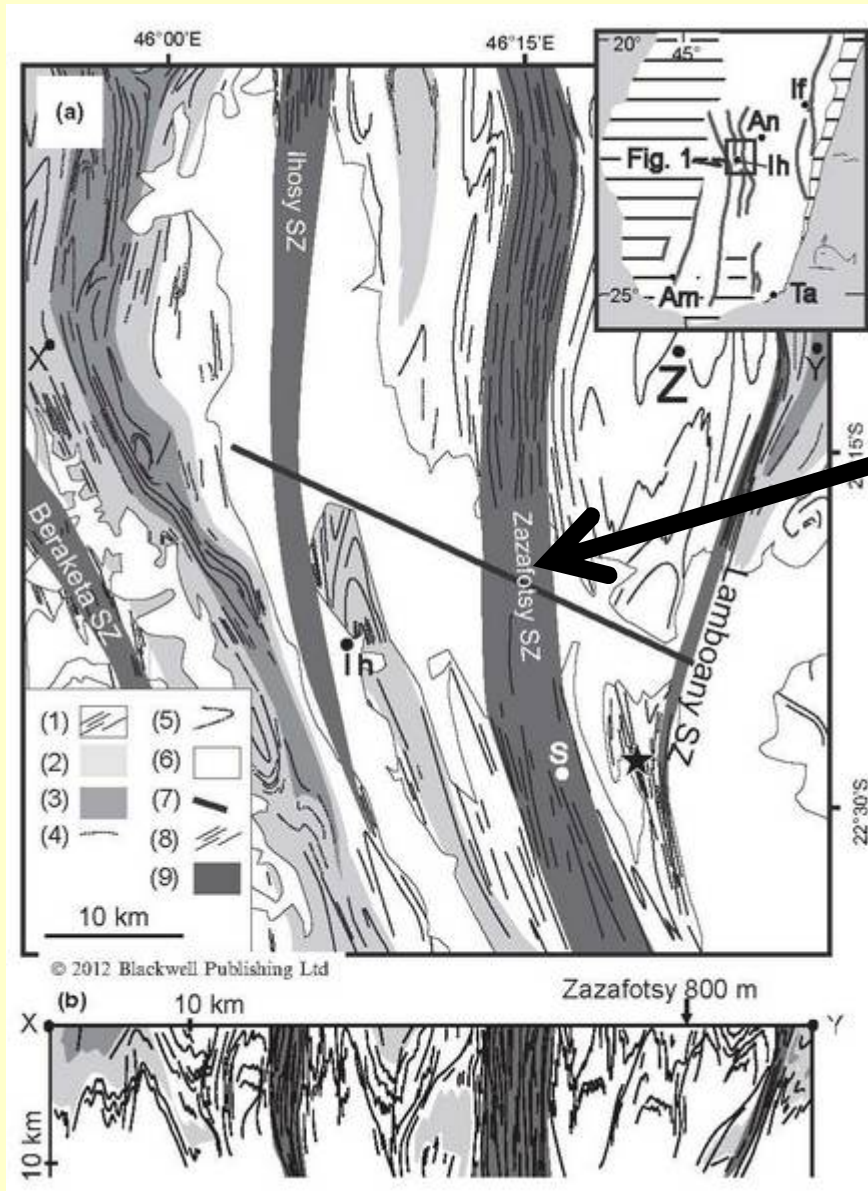
-550 Ma

-240 Ma

Actuel



CONTEXTE DE L'ÉTUDE



Échantillonnage pour la microscopie

(cartes et photo : J.-E. MARTELAT et al. 2012)

MATÉRIELS ET MÉTHODES

Préparation des échantillons

Lames minces 25 x 50 mm - épaisseur 30 μm – poli 1 μm

Pour l'observation EBSD, polissage supplémentaire

- ✓ diamant 0,25 μm
- ✓ silice colloïdale

Polisseuse BUEHLER **BETA VECTOR**

- ✓ mode contra rotatif (plateau ~ 50 tours/minute)
- ✓ force unitaire 5 / 10 Newtons, ~45 minutes

Nettoyage + étuvage + métallisation carbone

Microscope

MEB TESCAN *Vega II XMU* – filament *W*
EDAX *PEGASUS* : EDS (SiLi) + EBSD
caméra *DIGIVIEW III* haute sensibilité,
mode pleine résolution
-> indexation ~1 image/sec.

Conditions analytiques

HT = 30kV
Ø de sonde = 500 nm
I = 1 nA (cage de Faraday)

Porte objet spécifique



Épaisseur 30 μm

48 mm



26 mm

Dans le microscope

SE

EDS

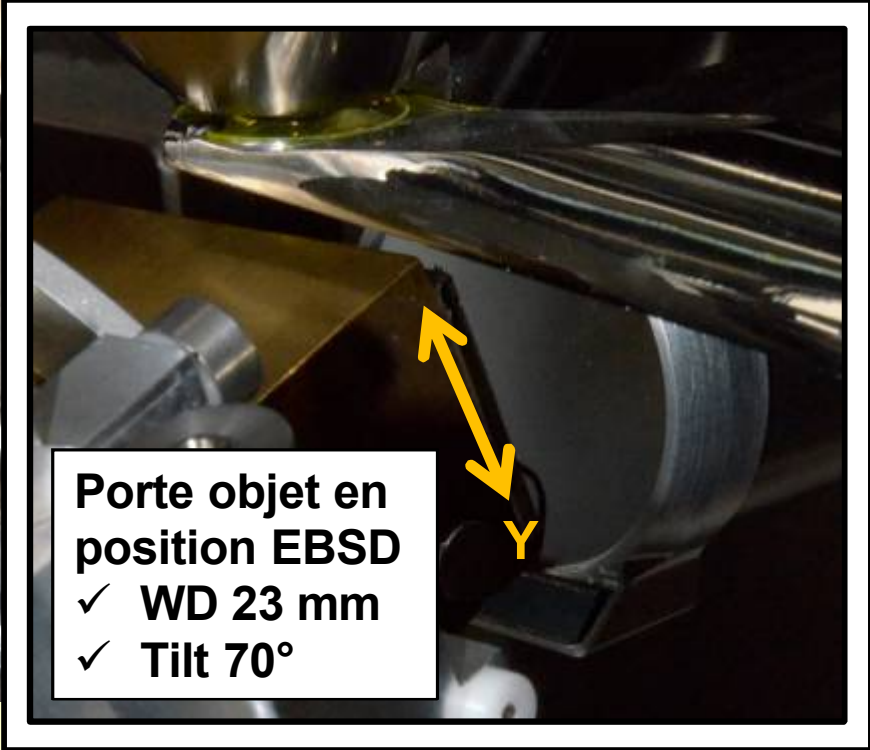
BSE

EBSD

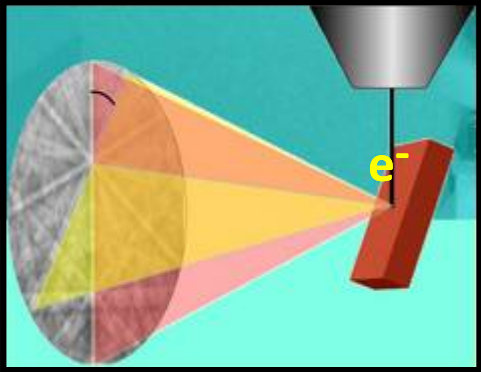
FSD



WD 90 mm - Tilt 0°



Porte objet en position EBSD
✓ WD 23 mm
✓ Tilt 70°



Paramètres de scan : dimensions

Taille des minéraux -> dimension du scan : grenats ~ centimétriques !

Tilt 70° -> limitation du déplacement en Y -> 50% de surface utile

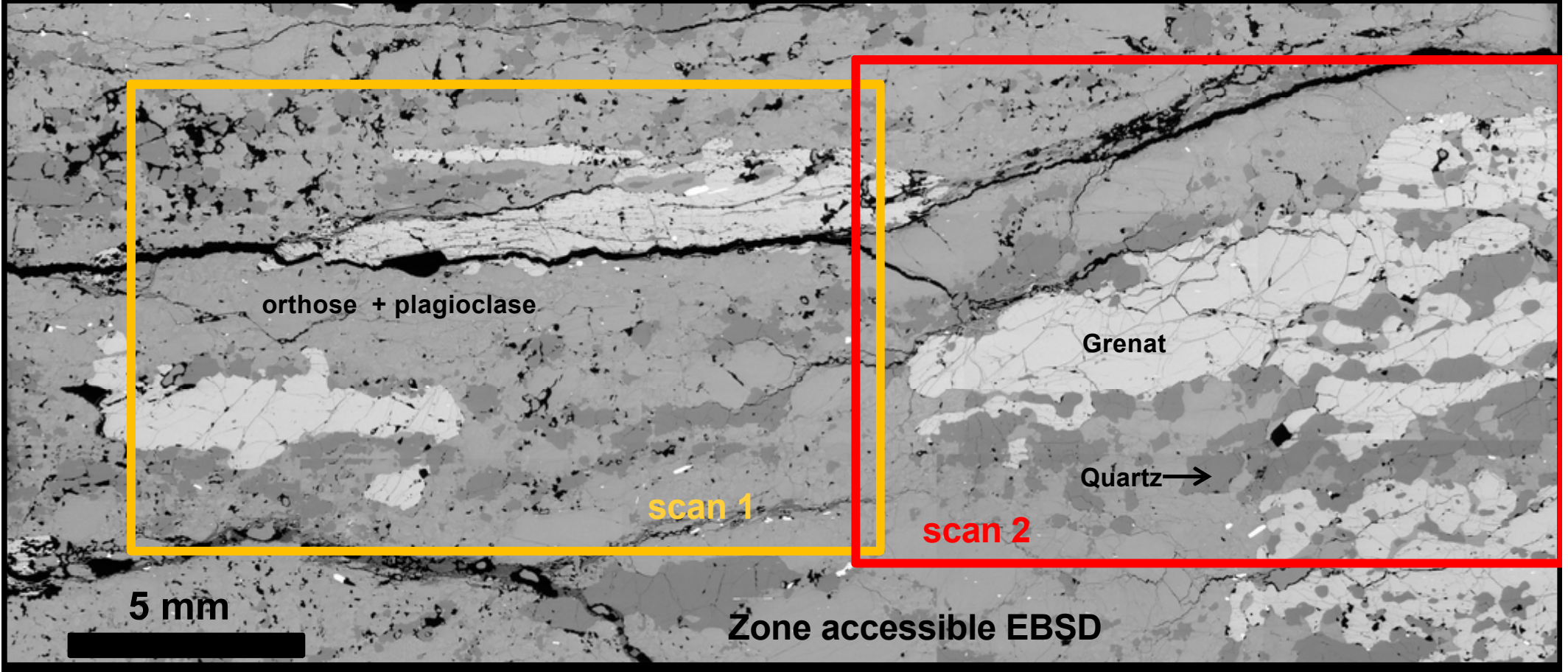
Paramètres de scan : échantillonnage

- grandissement 500x
- déplacement mécanique de la platine (« stage scan »)
- ~10 x 15 mm/scan
- pas de 100 µm
- ~17000 points d'analyse par scan
- 2 scans
- 5 secondes/point (acquisition EDS+EBSD)

-----> **48 heures !**



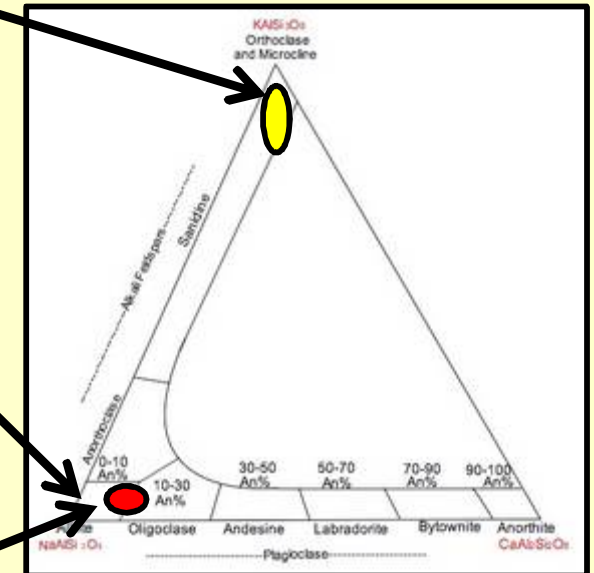
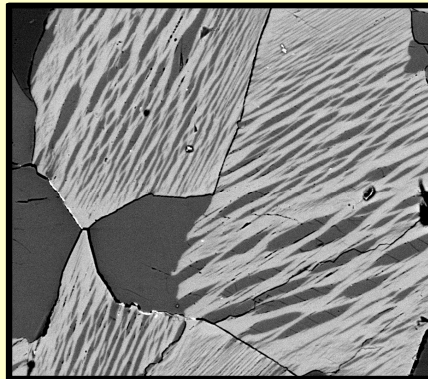
Cartographie en électrons rétrodiffusés



MINÉRAUX PRÉSENTS

Feldspaths :

- ✓ Orthose : $K[AlSi_3O_8]$ – monoclinique
+ lamelles d'Albite



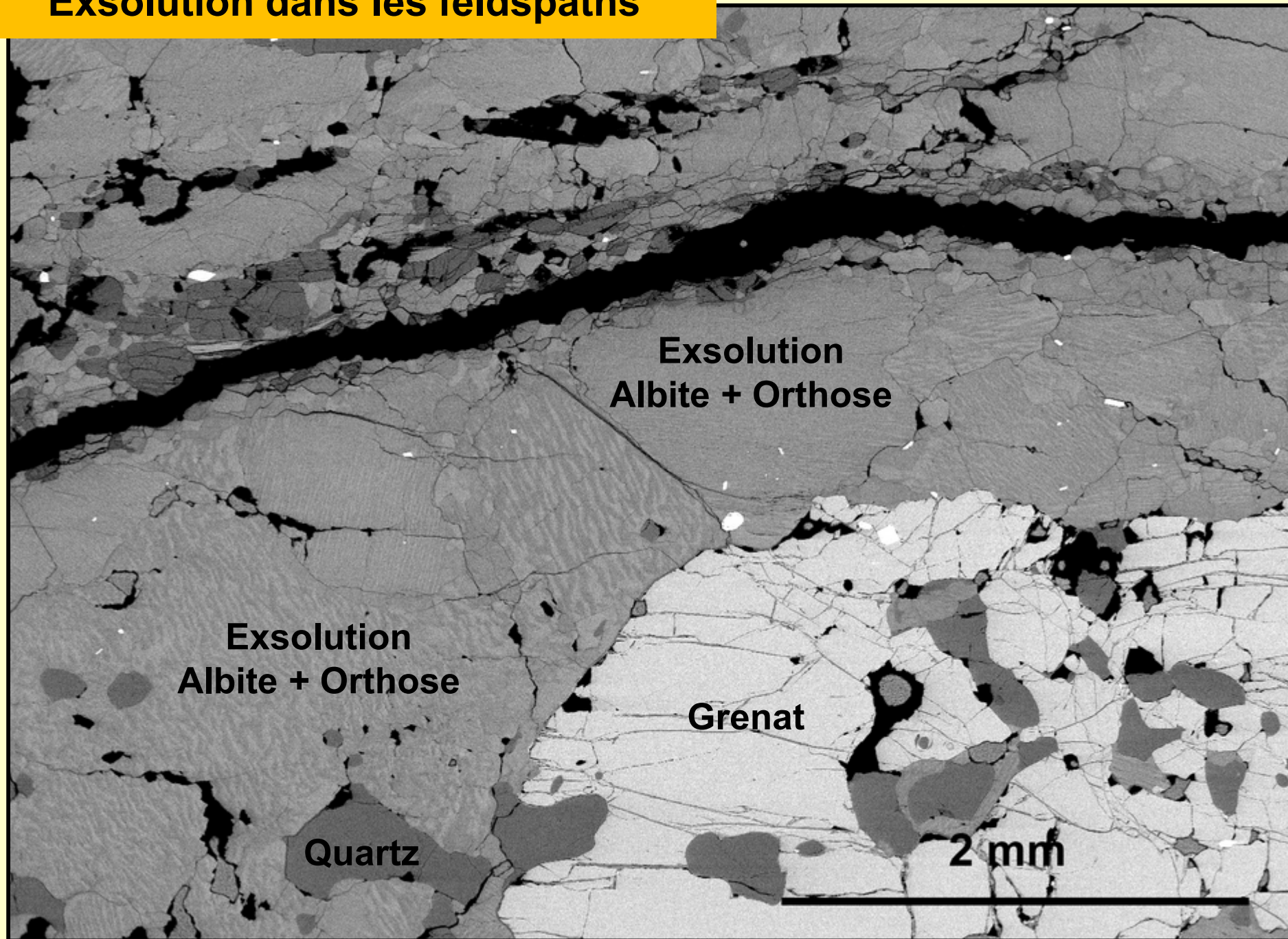
- ✓ Plagioclase :

Albite / Oligoclase – $(Na_{1-x}Ca_x)[(Al_{1+x}Si_{3-x})O_8]$ – triclinique

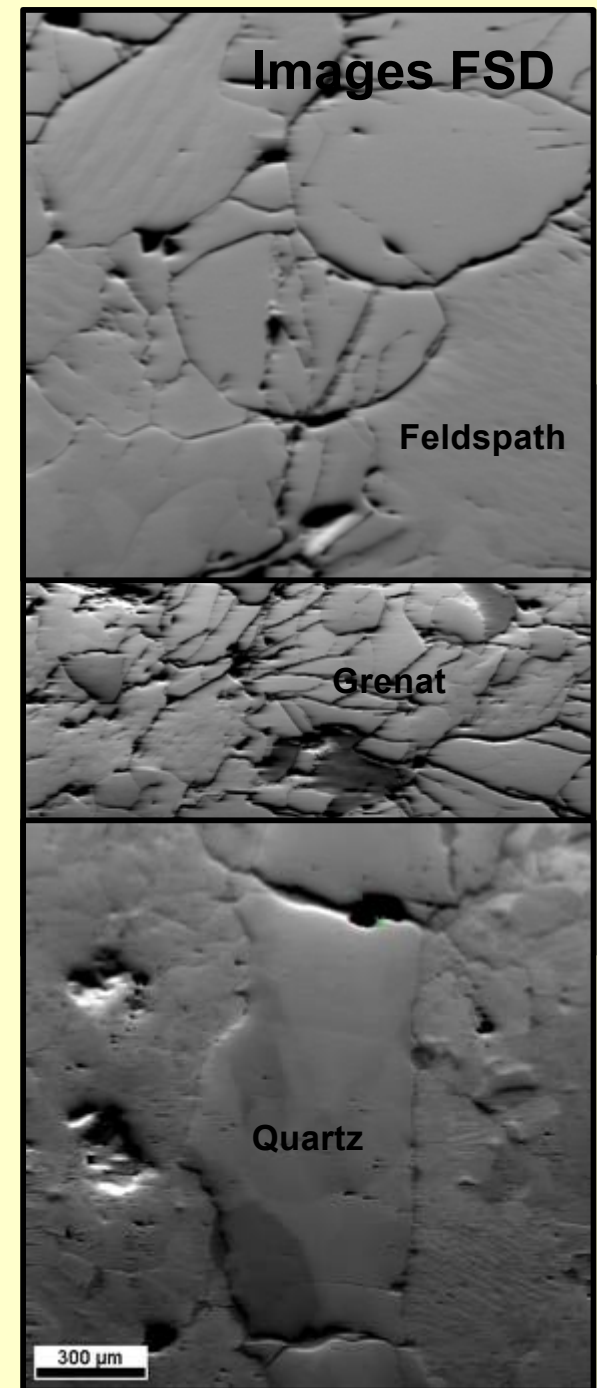
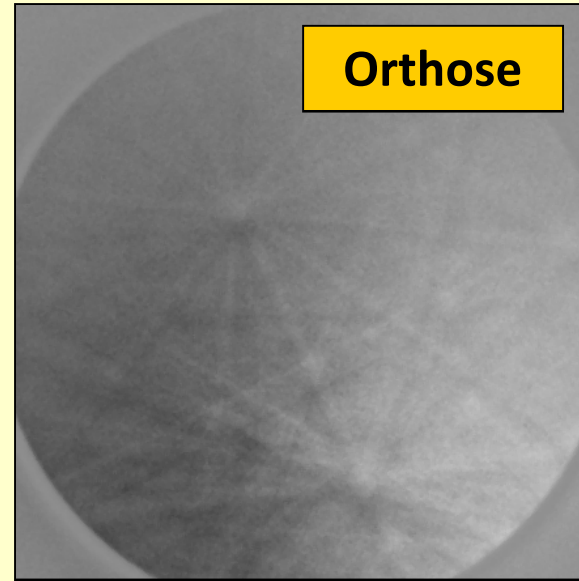
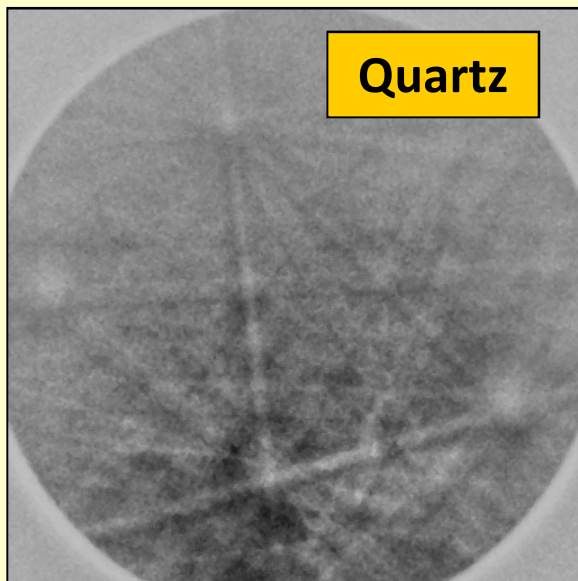
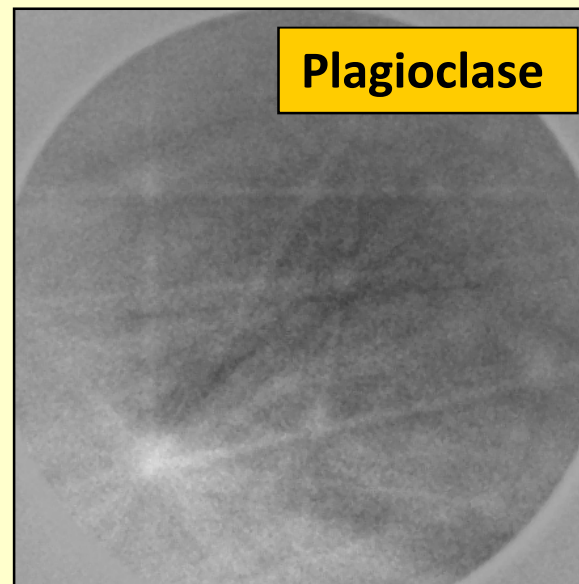
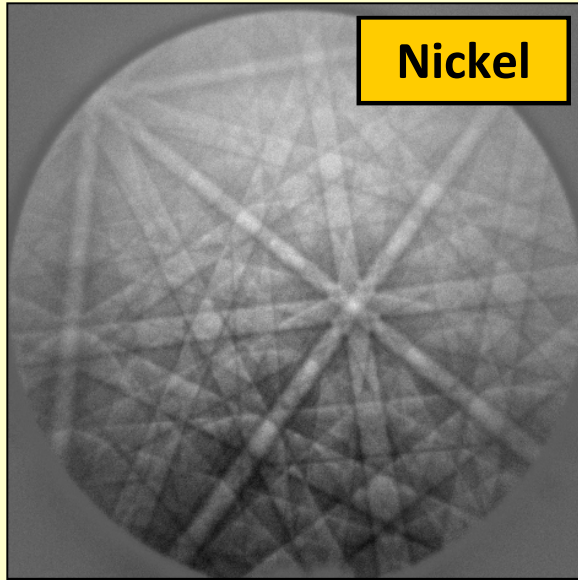
+ *exsolutions d'Orthose !*

Feldspaths -> 2 pôles purs

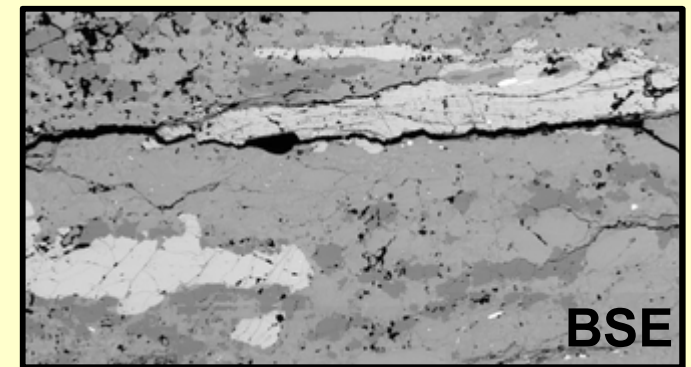
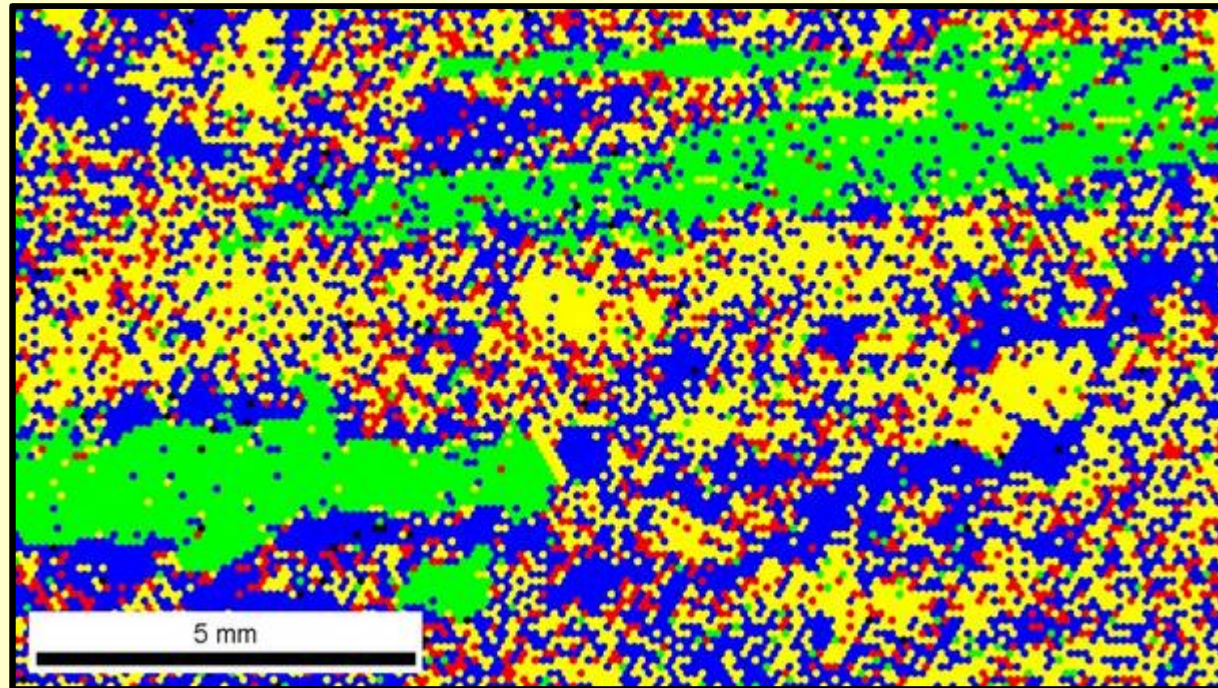
Exsolution dans les feldspaths



Qualité des clichés de diffraction



CARTOGRAPHIE DE PHASES EBSD



Indexation minéralogique apparemment correcte, au moins sur les grenats, mais...

- ✓ **Minéraux accessoires + fracturations indexés !**
- ✓ **Quartz prédominant dans la matrice**
- ✓ **Indexation orthose / albite aléatoire !**

EDS + EBSD – FILTRES CHIMIQUES

Quartz - SiO_2 -> Si

Albite – $\text{Na}[(\text{AlSi}_3)\text{O}_8]$ -> Na+Al+Si -> pôle pur ($\Sigma \text{Ca}+\text{K}$)

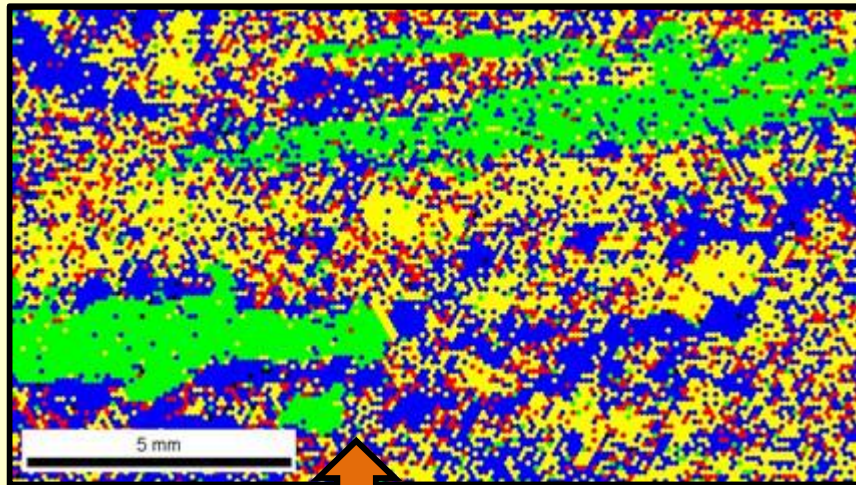
Orthose – $(\text{K},\text{Na})[\text{AlSi}_3\text{O}_8]$ -> K+Al+Si -> pôle pur (ΣNa)

Grenat – $(\text{Mg},\text{Fe})_3\text{Al}_2[\text{SiO}_4]_3$ -> Mg+Fe+Al+Si

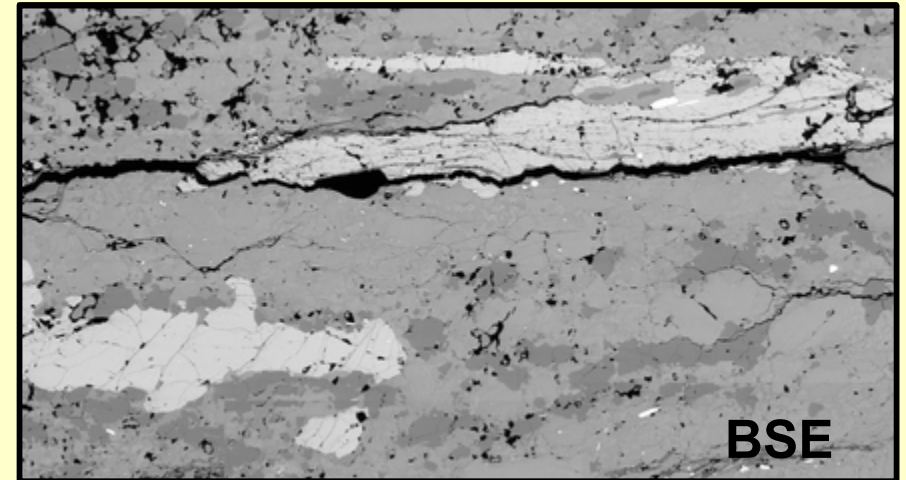
Minéraux accessoires : biotites $(\text{K},(\text{Mg},\text{Fe},\text{Ti})_3[\text{Al}_{1+x}\text{Si}_{3-x}\text{O}_{10}(\text{OH})_2])$,

sillimanite $(\text{Al}_2\text{SiO}_5)$, rutile (TiO_2) ... -> non indexés

COMPARAISON EBSD / EDS+EBSD



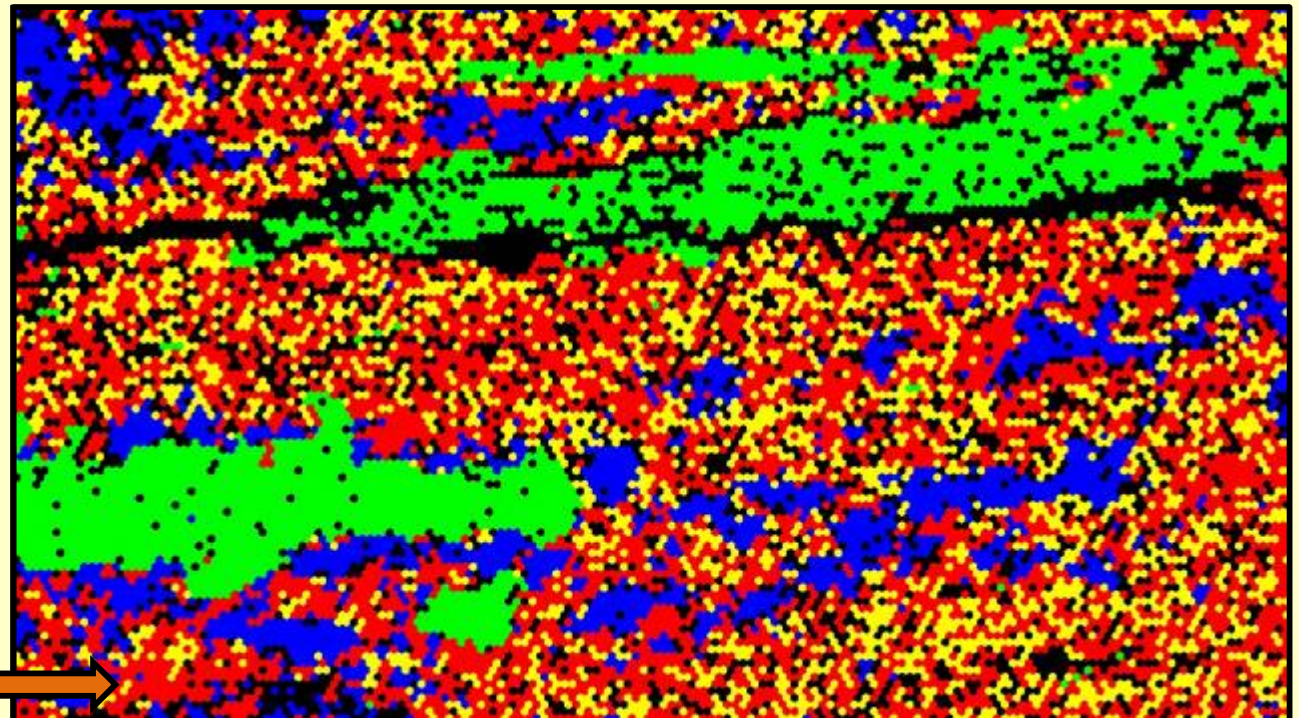
Zone 1 : EBSD



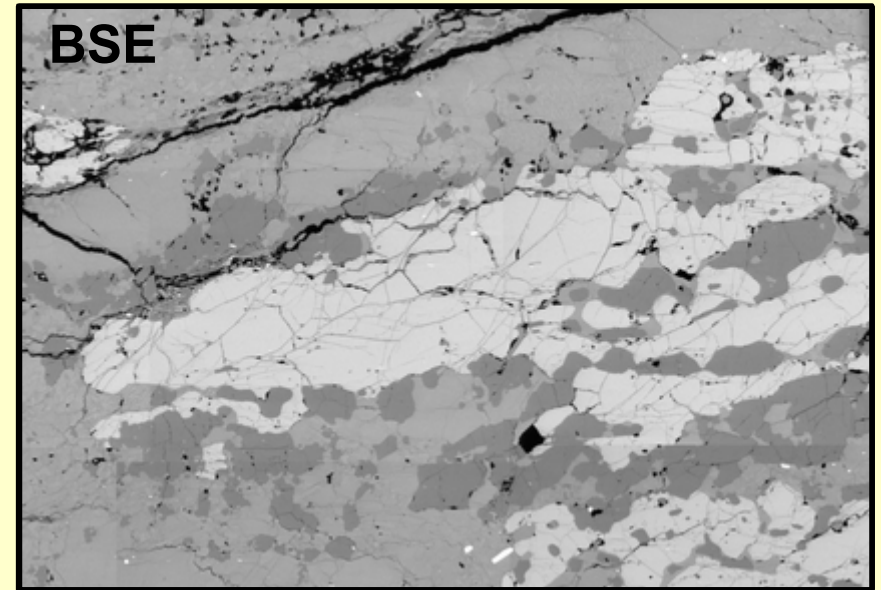
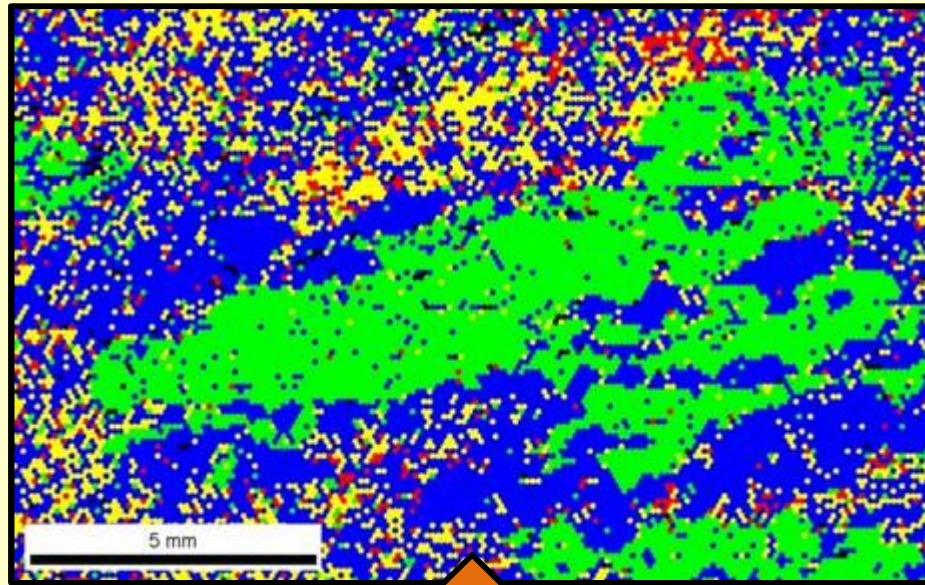
cartographie de phases EBSD



Zone 1 : EDS + EBSD



COMPARAISON EBSD / EDS+EBSD

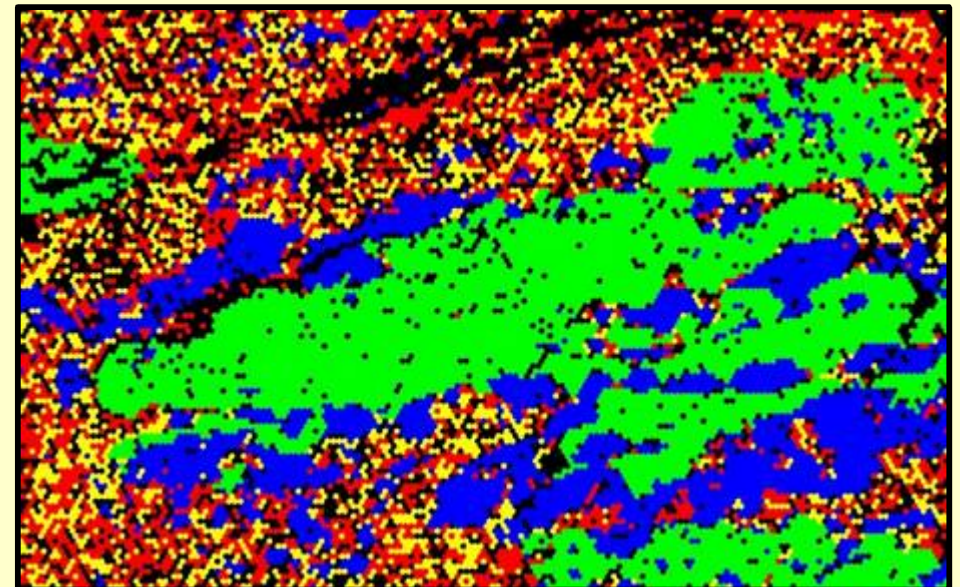


Zone 2 : EBSD

cartographie de phases EBSD



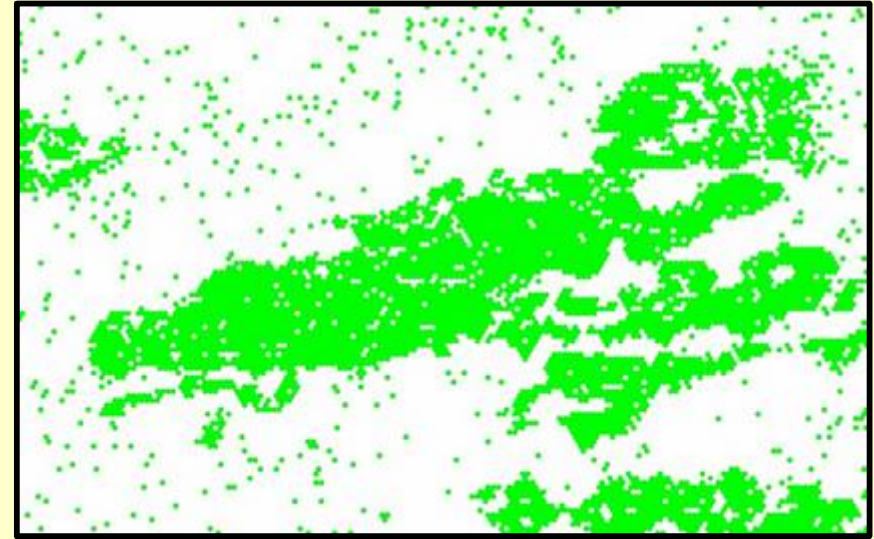
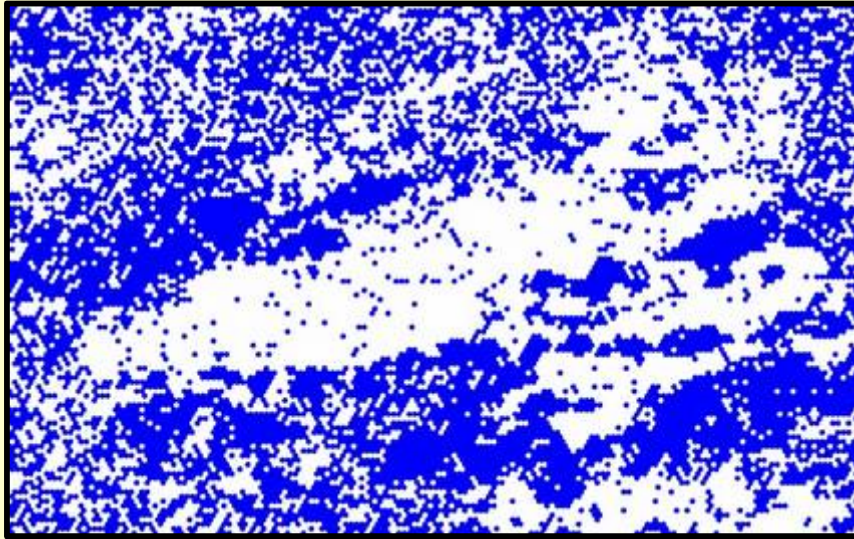
Zone 2 : EDS + EBSD



■ Quartz

cartographie de phases EBSD

Grenat ■

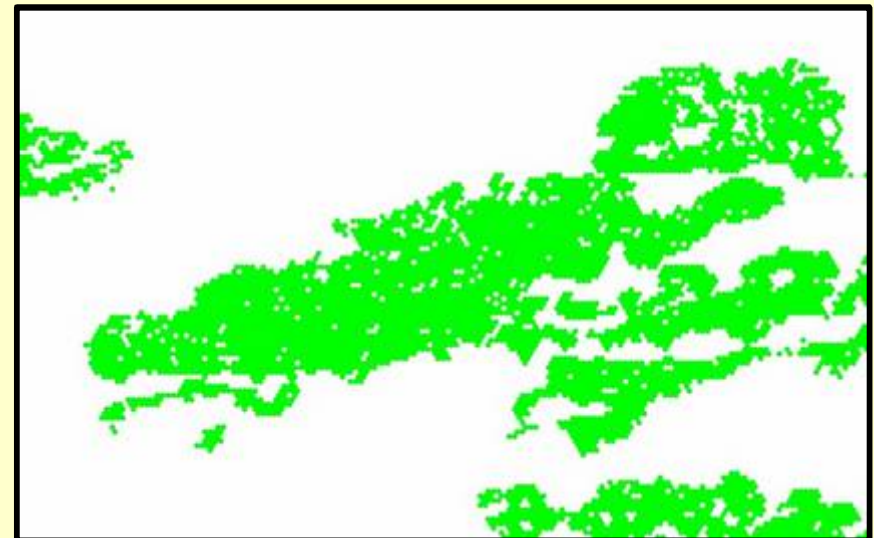
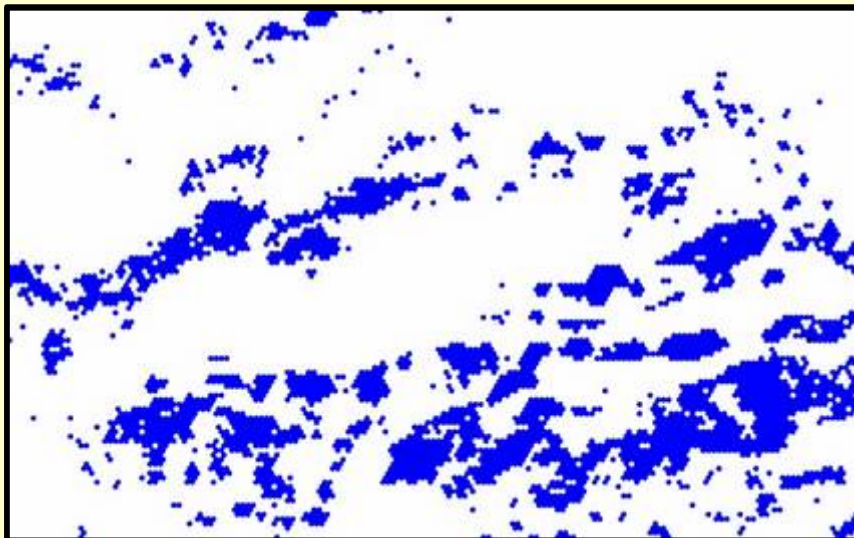


Zone 2

■ Quartz


cartographie de phases EBSD filtrée EDS

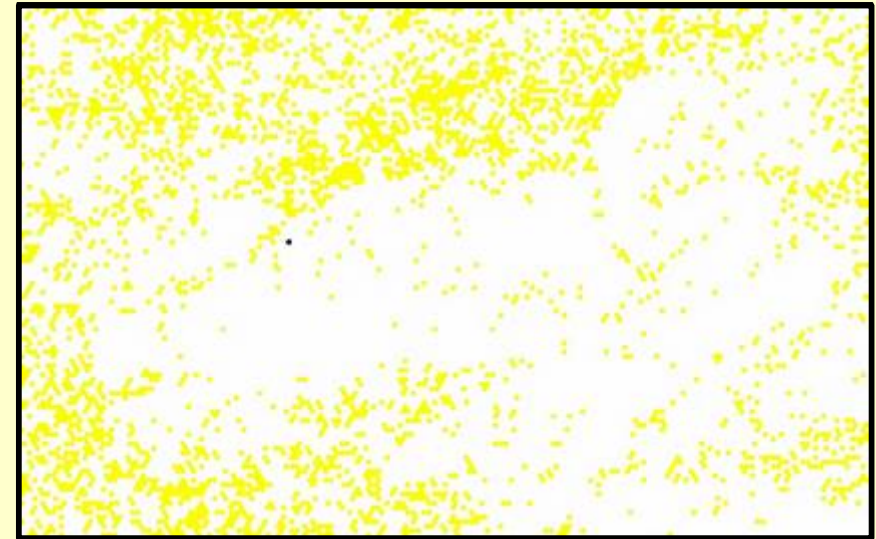
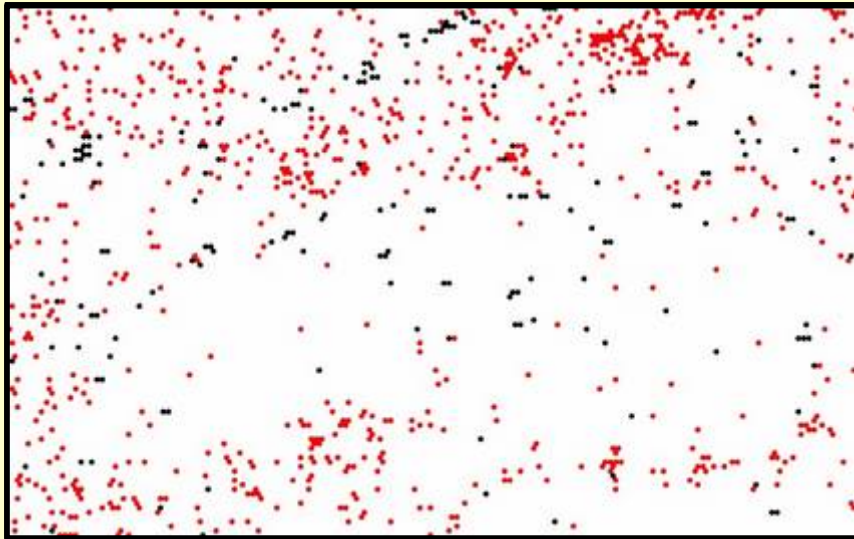
Grenat ■



 Albite

cartographie de phases EBSD


Orthose 

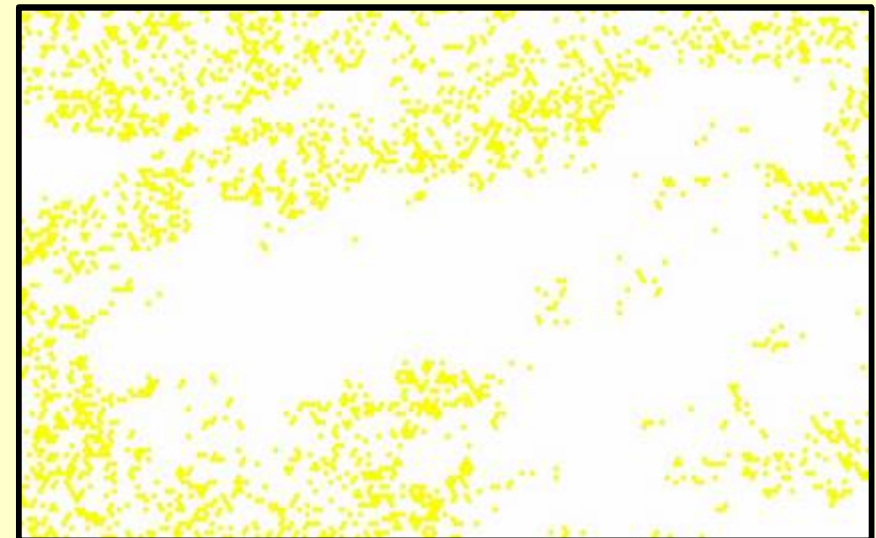
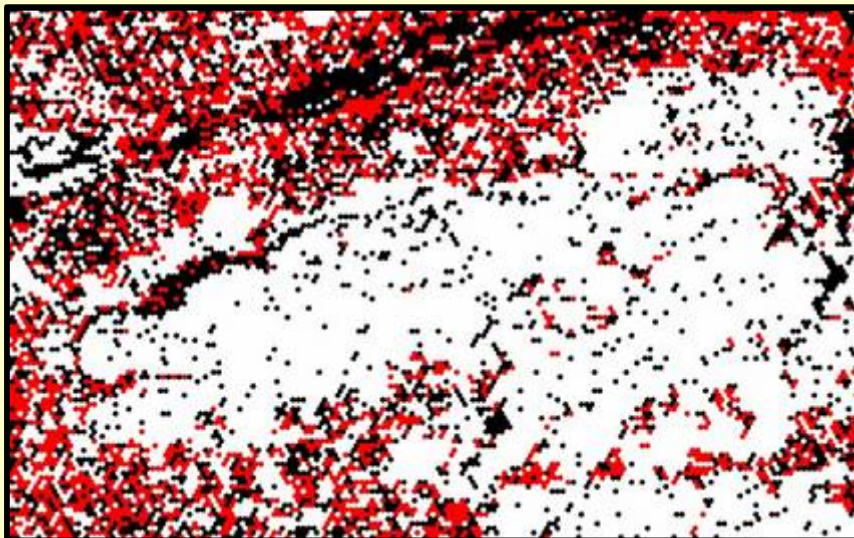


Zone 2

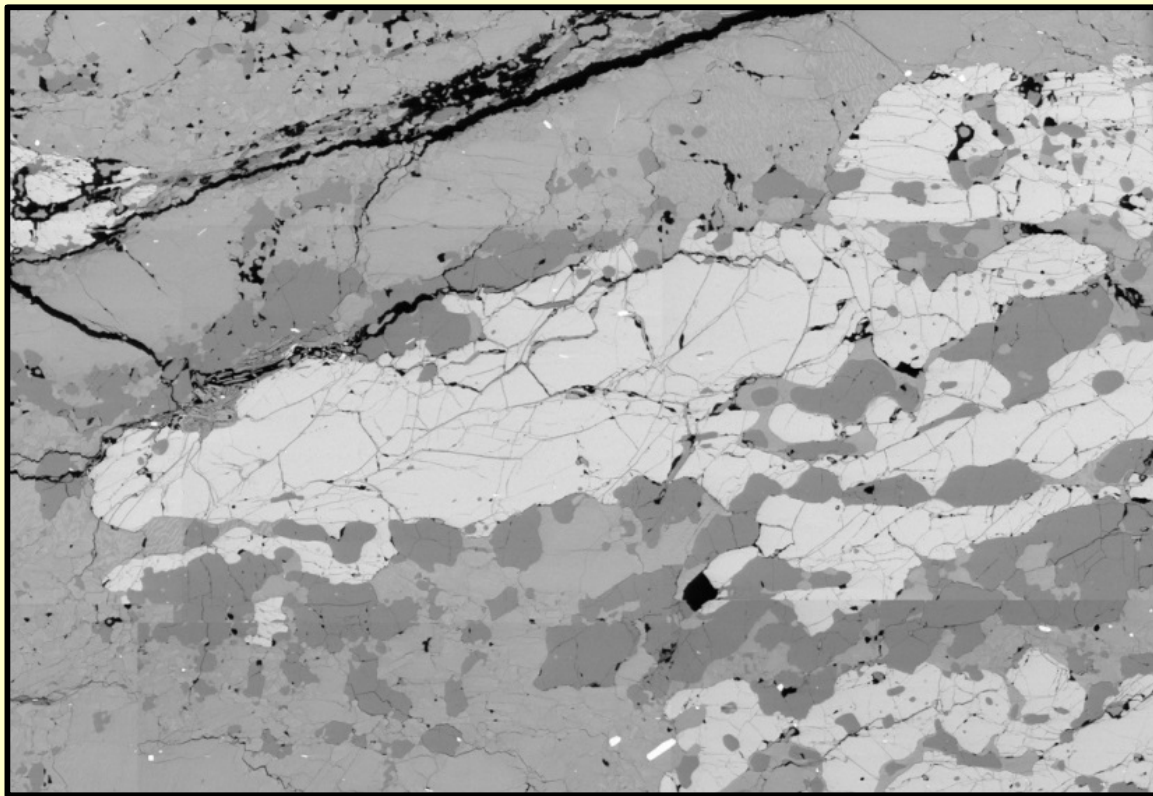
 Albite

cartographie de phases EBSD filtrée EDS

Orthose 



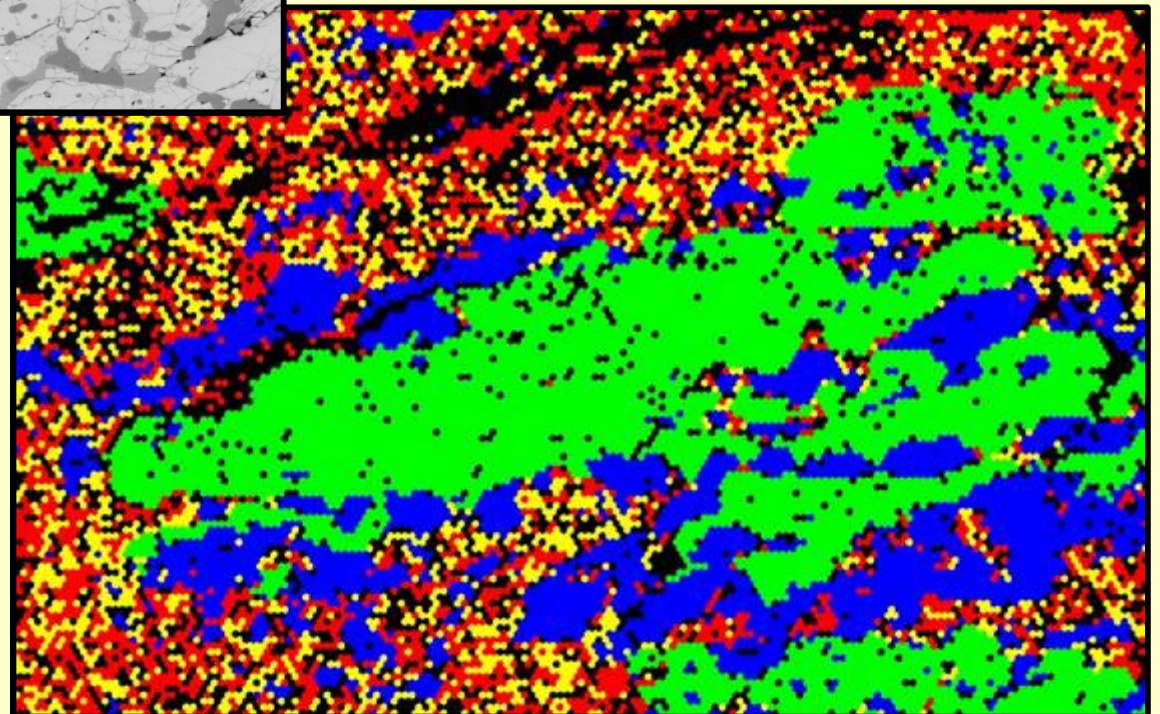
Zone 2

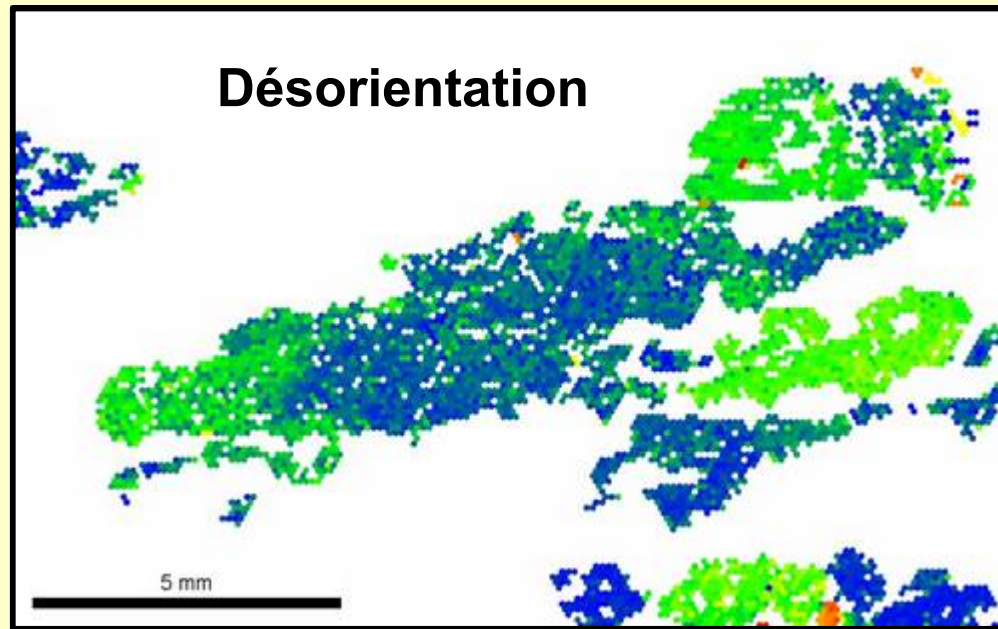
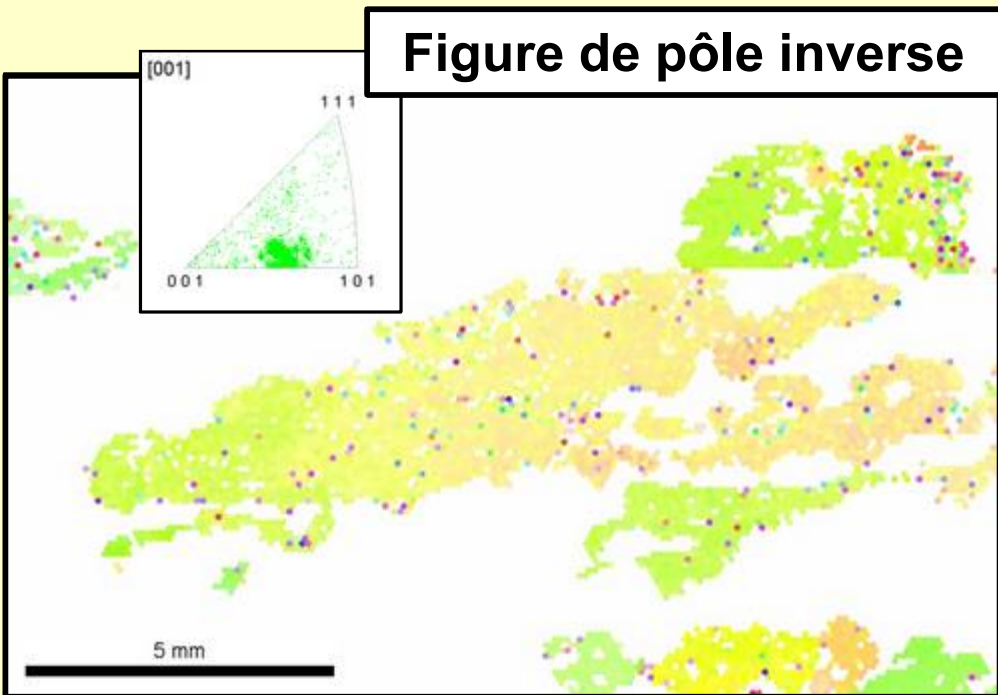
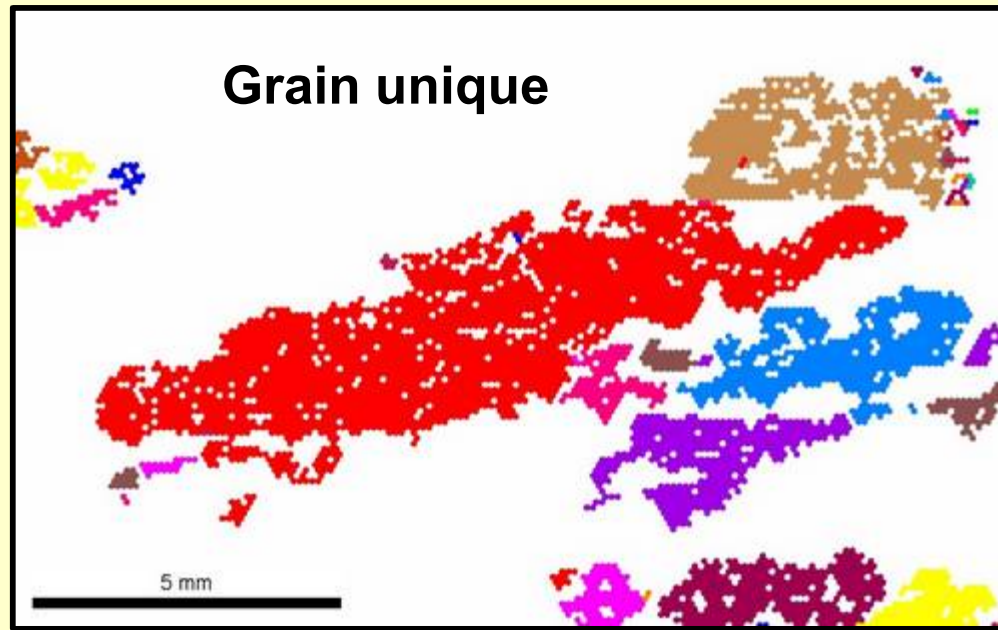
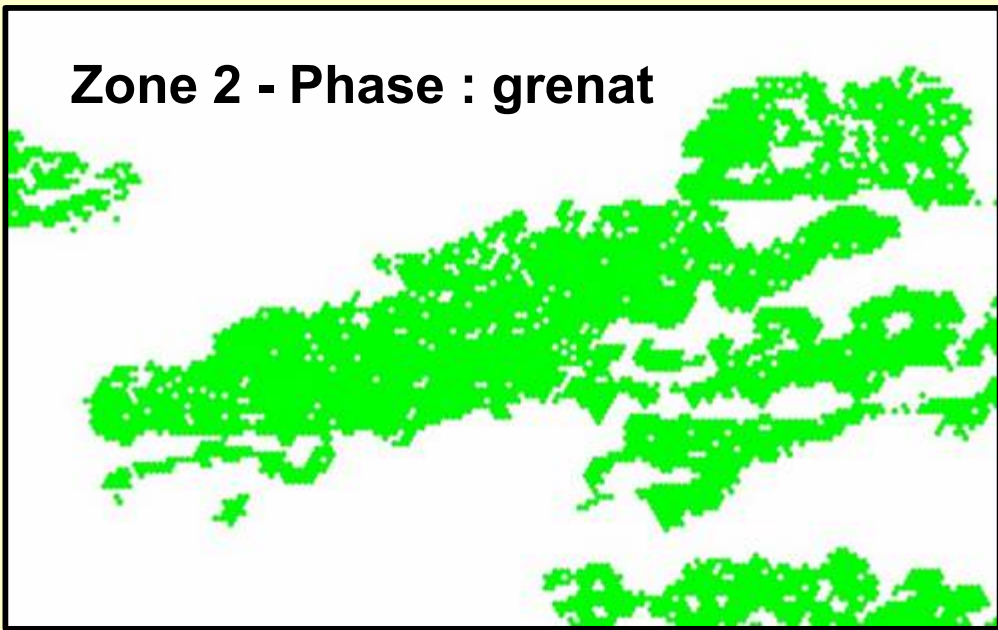


← Cartographie BSE

cartographie de phases
filtrée EDS

-  Albite
-  Grenat
-  Orthose
-  Quartz



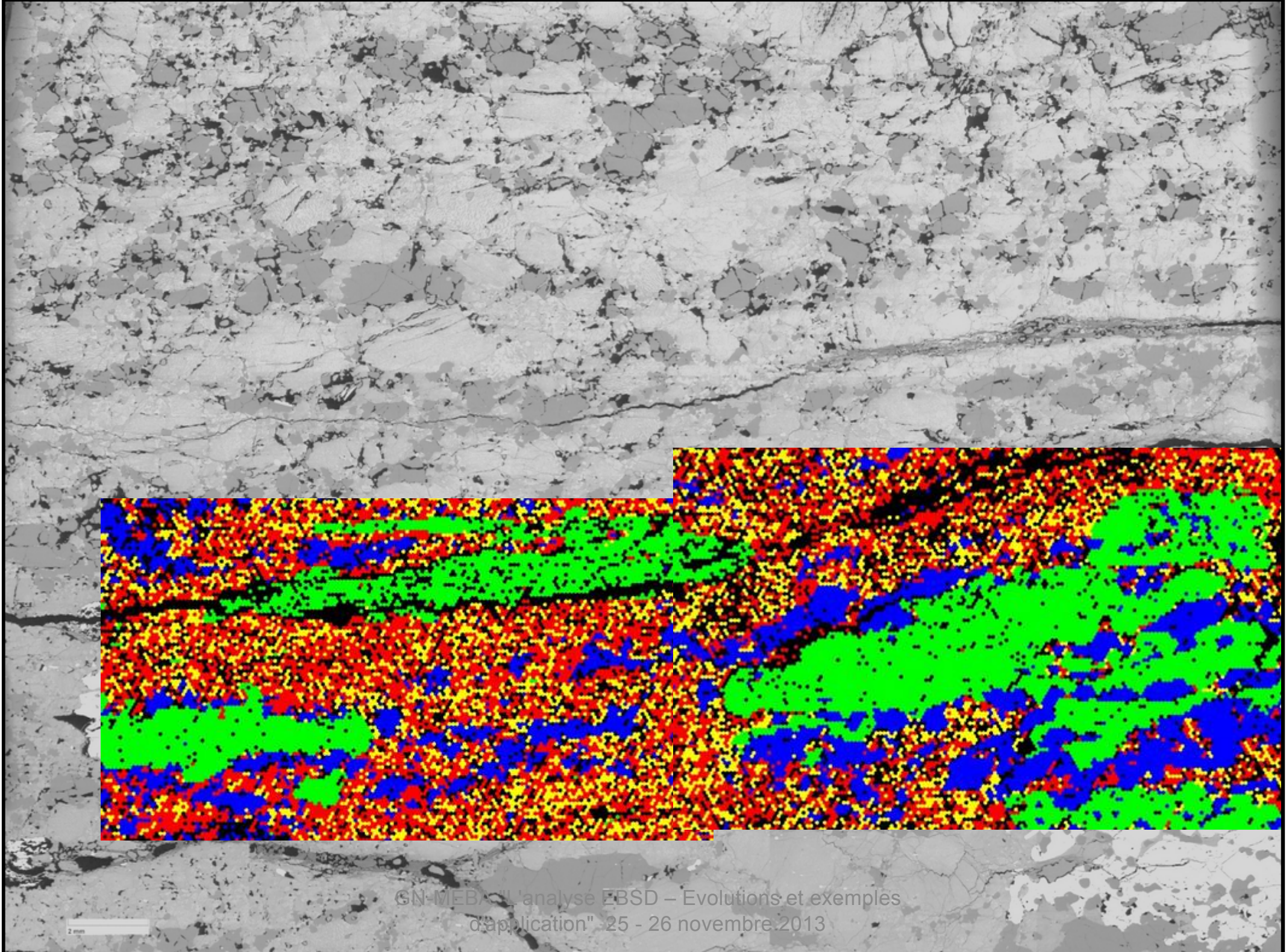


CONCLUSIONS

Le couplage EDS + EBSD permet :

- **Indexation plus robuste :**
 - ✓ **Réaffectation des phases -> quartz + albite**
 - ✓ **Fissures et minéraux accessoires non indexés**
 - ✓ **Indexation des feldspaths en albite/orthose**
 - ✓ **% minéraux cohérents / analyses modales**
- **L'indexation des feldspaths en albite/orthose +/- fiable en fonction des hypothèses et du pas d'échantillonnage**

Bibliographie : J.-E. MARTELAT, K. MALAMOUD, P. CORDIER, B. RANDRIANASOLO, K. SCHULMANN and J.-M. LARDEAUX, Garnet crystal plasticity in the continental crust, new example from south Madagascar, J. metamorphic Geol., 2012 – doi: 10.1111/j.1525-1314.2012.00974.x

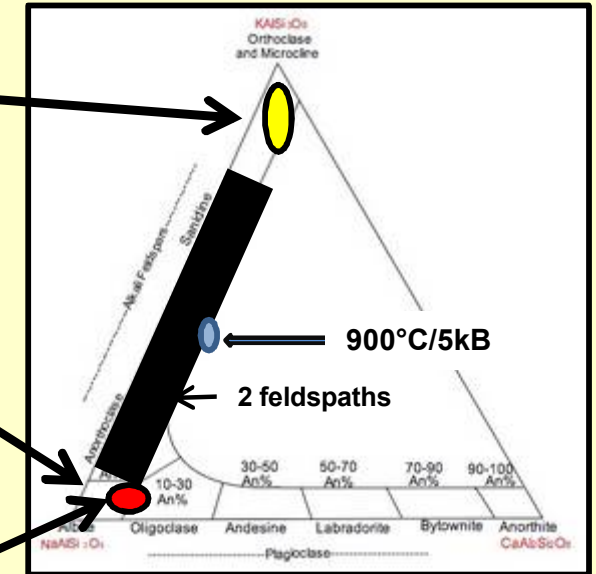
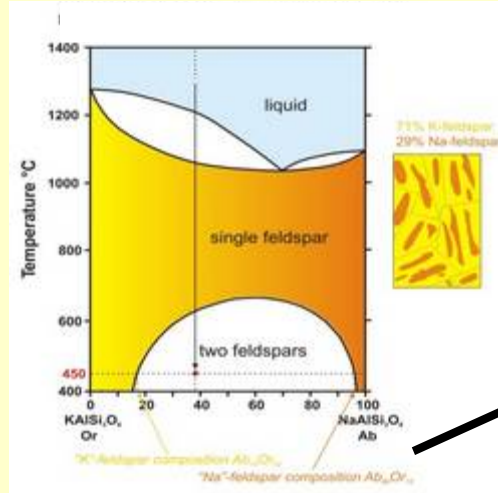
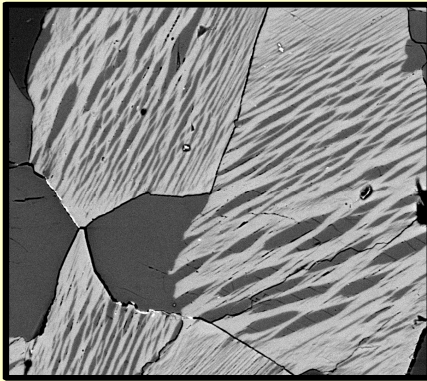


GN-MEB/ "L'analyse EBSD – Evolutions et exemples d'application" 25 - 26 novembre 2013

2 mm

FELDSPATHS

- ✓ Orthose : $K[AlSi_3O_8]$ – monoclinique
+ lamelles d'Albite



- ✓ Plagioclase :

Albite – $Na[(AlSi_3)O_8]$ – triclinique

Anorthite – $Ca[(Al_2Si_2)O_8]$ – triclinique

Albite / Oligoclase – $(Na_{1-x}Ca_x)[(Al_{1+x}Si_{3-x})O_8]$ -> $X_{ab} = 0.75-0.90$

Feldspaths présents dans la roche :

- Orthose + exsolution de plagioclase (mais $K > 15\%$!) -> perthite
- Plagioclase Ab 85%
- Plagioclase + exsolutions riches en K -> antiperthite