



PRÉPARATION DES  
POUDRES POUR  
LE MEB  
ET  
LA MICROANALYSE

*Guillaume WILLE, BRGM*  
*Fabrice GASLAIN, Mines Paristech*

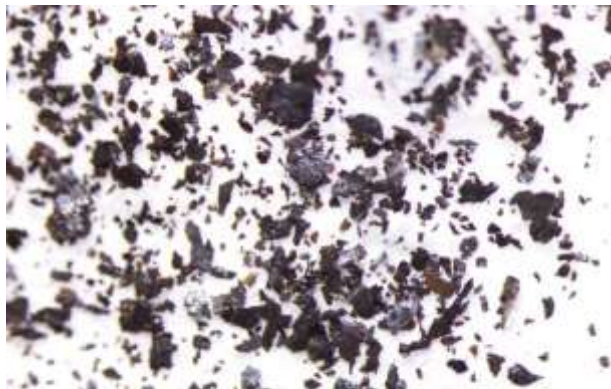


Géosciences pour une Terre durable

**brgm**

## Analyse d'une poudre

***On vous a peut-être déjà demandé d'analyser ça:***



1 mm



## Analyse d'une poudre

**Voire ça:**



***Mais comment préparer ce genre d'échantillons ?***

# Préparation des poudres

- Introduction: Qu'est-ce qu'une poudre ? Préparation d'une poudre, pourquoi est-ce spécifique ?
  - Définition et caractéristiques d'une poudre
  - Pour quels besoins ?
  - Quels problèmes ?
- Préparation d'une poudre, Principales méthodes
  - Dépôt sur adhésif
  - Dépôt direct sur support
  - Inclusion en résine
  - Pastillage
- Conclusion
  - Et pour aller plus loin...

Préparation des poudres  
pour le MEB  
et la microanalyse

# Qu'est-ce qu'une poudre ?

## Définition

État sous lequel se présente une substance solide finement broyée, pilée ou pulvérisée. Par extension, tout produit qui se présente sous cette forme

## Principales caractéristiques\*

- Caractéristiques intrinsèques des particules (taille, masse volumique, forme, porosité, hygroscopicité, point de ramollissement, etc.)
- Propriétés relatives à une population de particules (distribution de taille, masse volumique globale, homogénéité, etc.)

## Pour le MEB et la microanalyse

- Conductivité ou capacité à être métallisé / carboné
- Agglomération / capacité à être desaggloméré
- Adhésion à un support
- Sensibilité au faisceau d'électrons / affinité



\*Techniques de l'ingénieur vol. J2251 v1 *Caractérisation et analyse des poudres- Propriétés physiques des solides divisés* Auteur(s) : Khashayar SALEH, Pierre GUIGON

# Analyse d'une poudre, pour quels besoins ?

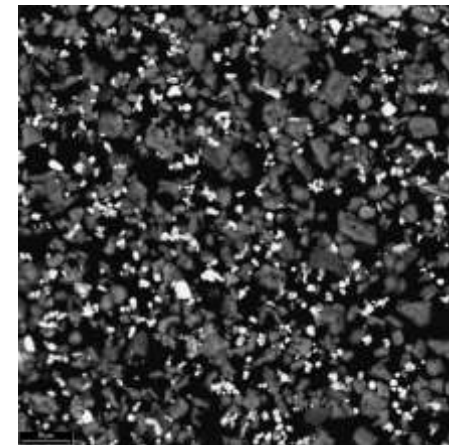
## Imagerie

- Caractéristiques morphologiques des particules:
  - Taille, forme, porosité, distribution de taille, de forme
  - Structure interne (cœur-coquille, sphère creuse...)
- Caractéristiques physico-chimiques
  - Homogénéité physico-chimique
  - Structure interne (homogénéité physico-chimique)



## Microanalyse

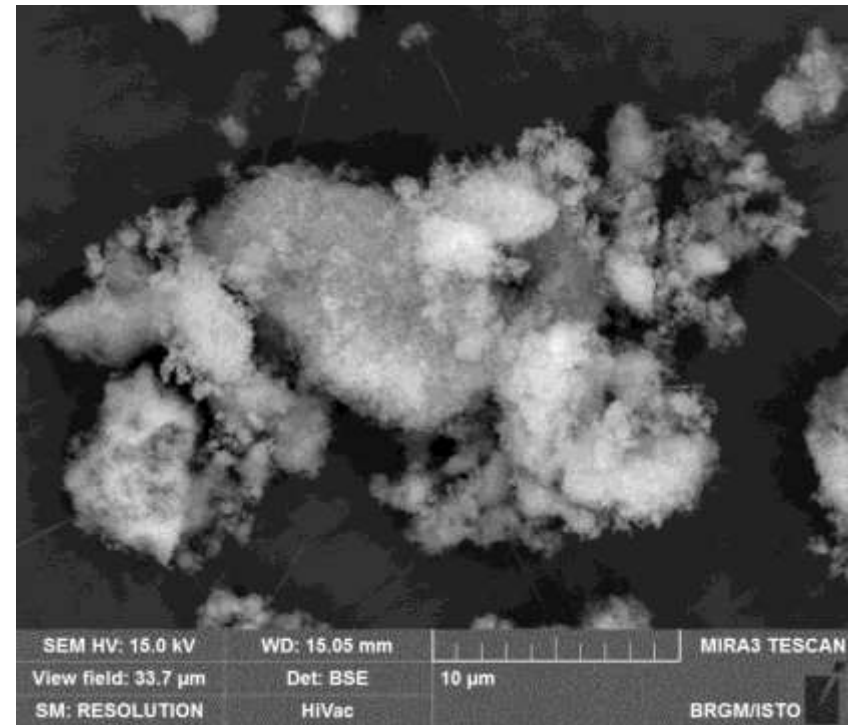
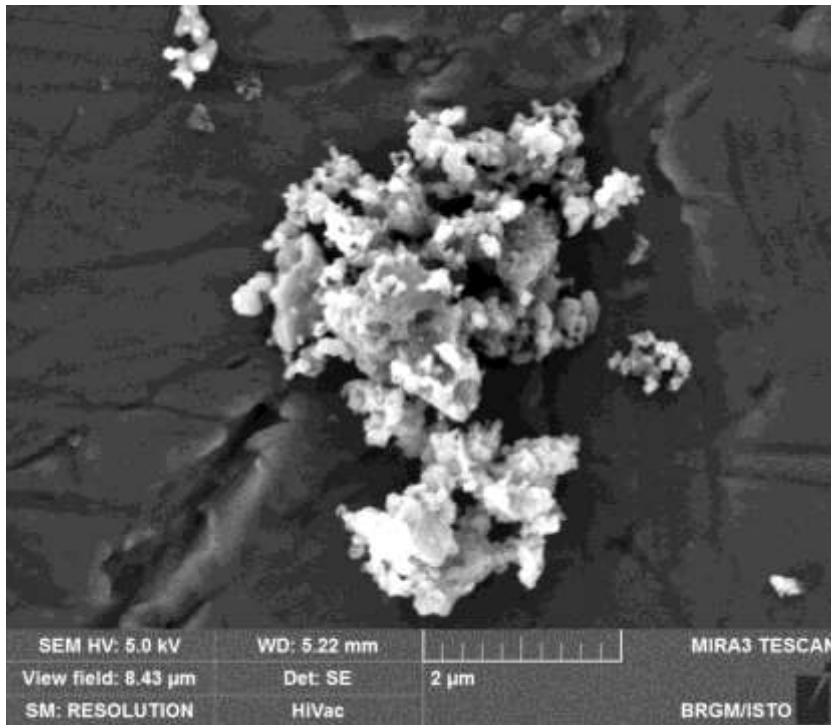
- Composition des particules
  - Composition des particules
  - Homogénéité de la poudre / distribution de composition
  - Structure chimique et cristallographique interne



## Analyse d'une poudre, quels problèmes ?

### Imagerie

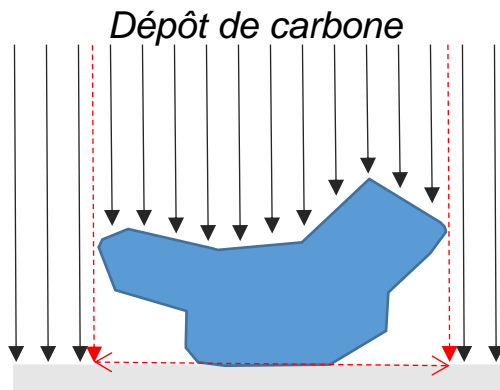
- Adhésion des grains sur le support
- Dispersion de la poudre sur le support



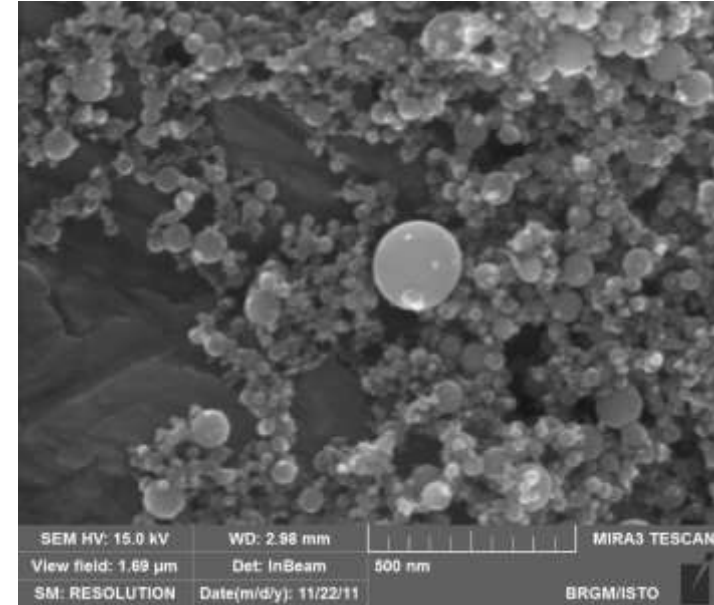
# Analyse d'une poudre, quels problèmes ?

## Microanalyse

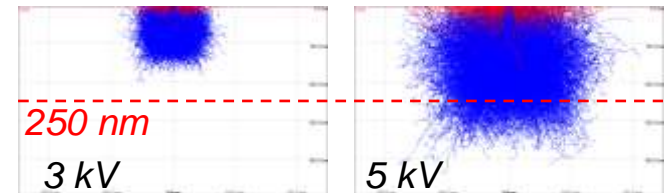
- Dépôt conducteur
- Epaisseur des particules
- Surface des particules
  - Planéité
  - rugosité



Entre les 2 flèches rouges, le dépôt de carbone ne peut pas se faire convenablement → risque de rupture de conductivité



Les plus grosses particules de  $\text{TiO}_2$  ne dépassent pas 250 nm (Et en plus elles sont creuses !)



# Préparation des poudres

- Introduction: Qu'est-ce qu'une poudre ? Préparation d'une poudre, pourquoi est-ce spécifique ?
  - Définition et caractéristiques d'une poudre
  - Pour quels besoins ?
  - Quels problèmes ?
- Préparation d'une poudre, Principales méthodes
  - Dépôt sur adhésif
  - Dépôt direct sur support
  - Inclusion en résine
  - Pastillage
- Conclusion
  - Et pour aller plus loin...

Préparation des poudres  
pour le MEB  
et la microanalyse

# Dépôt d'une poudre sur un support adhésif

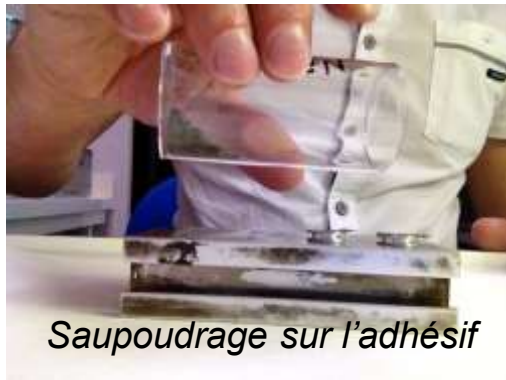
## Principe

- Dépôt de la poudre sur un adhésif conducteur
  - En saupoudrant le produit au-dessus de l'adhésif
  - En tamponnant l'adhésif dans la poudre



### Le matériel

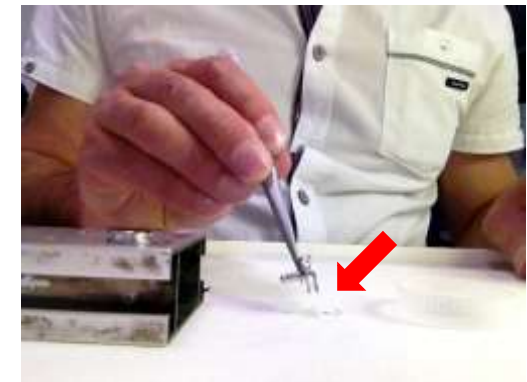
- Poudre
- Plots MEB
- Adhésif double-face conducteur



*Saupoudrage sur l'adhésif*



*Tamponnage sur l'adhésif*



### Ne pas oublier

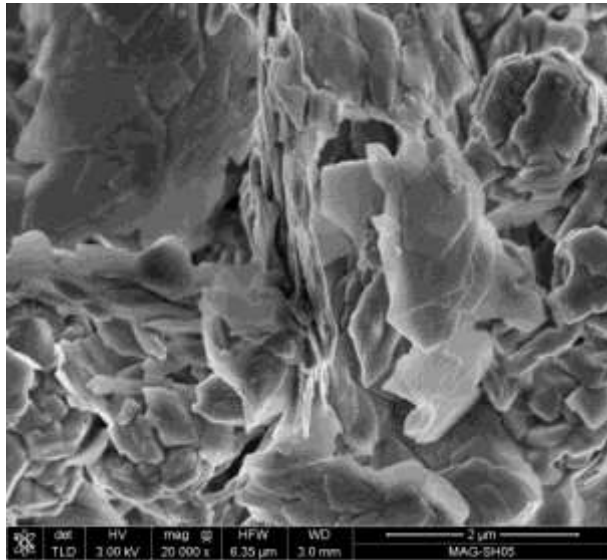
*Tapoter le plot*

- sur sa base pour améliorer le collage des grains
- Sur le côté pour faire tomber l'excédent de poudre

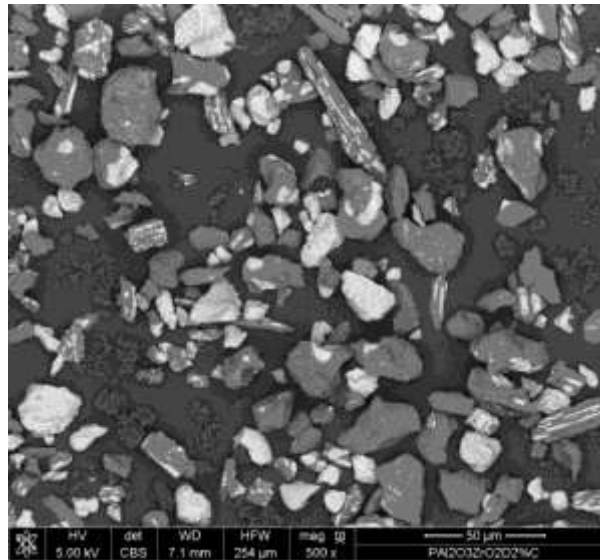
# Dépôt d'une poudre sur un support adhésif

## Avantages

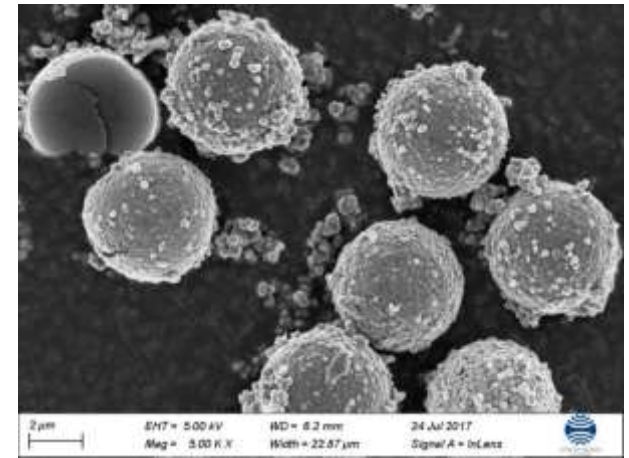
- Méthode simple, rapide et peu coûteuse
- Méthode  $\pm$  universelle
- Nécessite peu de matière



Feuillets d'argile



Poudre  $\text{Al}_2\text{O}_3$  /  $\text{ZrO}_2$  / C



Poudre de céramiques



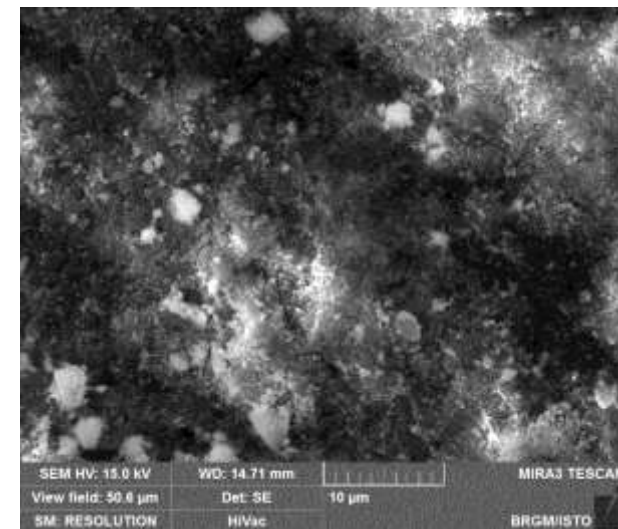
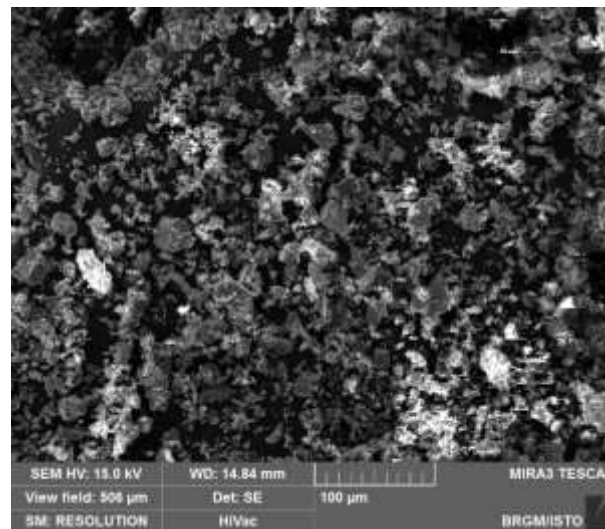
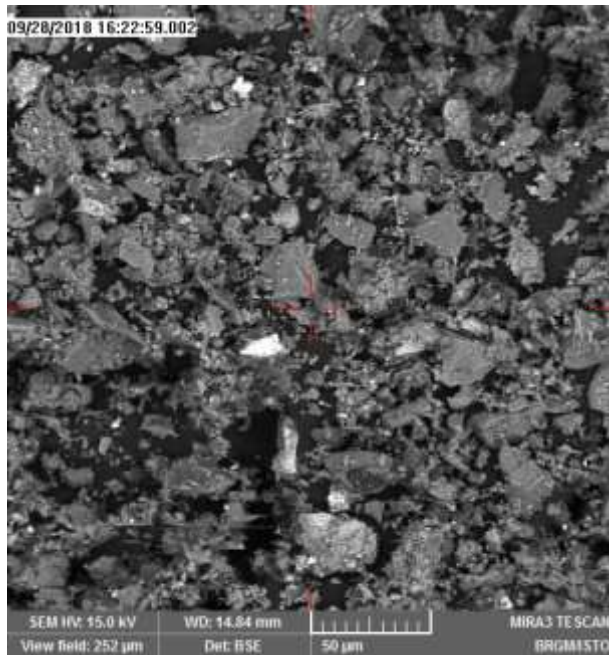
Poudre de cuivre

Source : Centre des Matériaux,  
Mines Paristech

# Dépôt d'une poudre sur un support adhésif

## Défauts potentiels

- Adhésion variable des particules selon le matériau → particules « qui bougent »
- Peu efficace sur les poudres fortement agglomérées → agrégats, effets de charge
- Risque de « surcharge » en poudre → difficultés d'observation



# Dépôt direct d'une poudre sur un support

## Principe

- Dépôt de la poudre directement sur la surface d'un support adapté
  - Plot MEB propre et poli
  - Support spécifique (plaquette de carbone, wafer de silicium...)
- Mise en suspension de la poudre dans un solvant adapté (eau, éthanol...)
- Séchage à  $T_{\text{ambiante}}$ , par chauffage, sous lampe, sous vide...

## Dépôt direct d'une poudre sur un support

### Le matériel

- Poudre
- Support: plots MEB, silicium, carbone...
- Liquide pour suspension
- Cuve ultrason + tube + pipette pasteur



Mise en suspension  
1 / mélange liquide + poudre



2 / passage aux ultrasons



### Important

- Choix du liquide : dépend de la nature des particules
- Choix du mode de séchage

4 / séchage libre ou forcé  
(chauffage, sous vide...)



3 / dépôt d'une goutte de suspension sur le support

# Dépôt direct d'une poudre sur un support

## Avantages

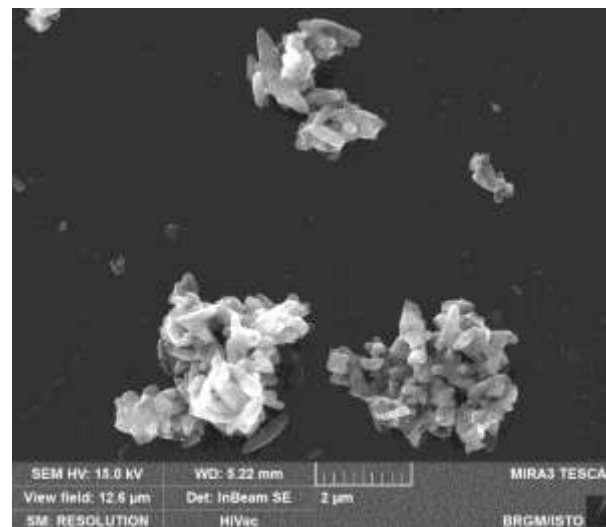
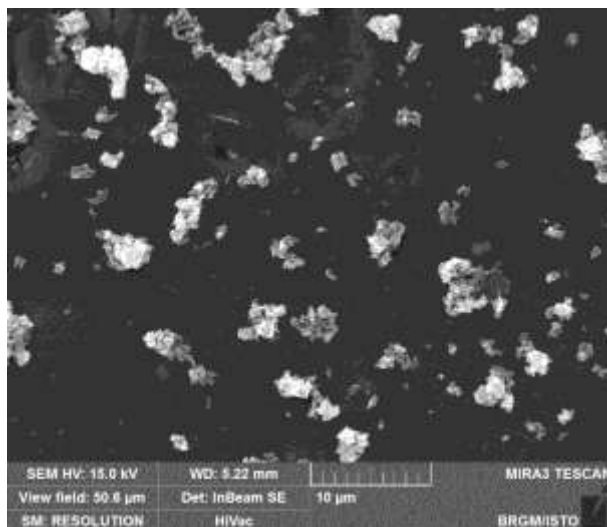
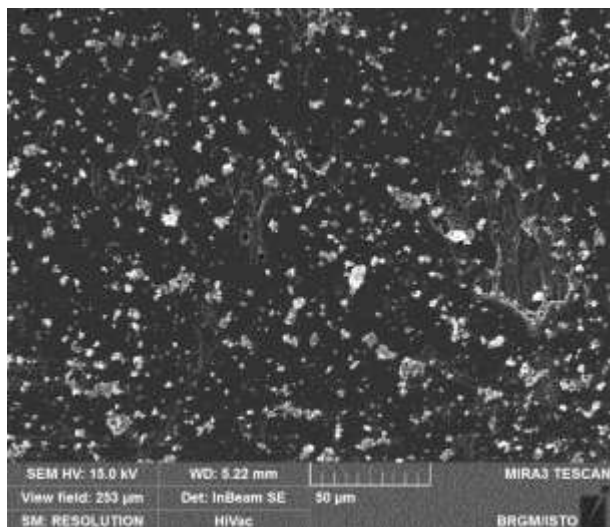
- Méthode simple, rapide et peu coûteuse
- Bien adapté pour les particules de taille micrométrique / nanométrique
- Nécessite peu de matière
- Particules bien dispersées, élimine le risque d'agglomérats
- Permet de réaliser des dépôts sur grilles TEM

## Défauts potentiels

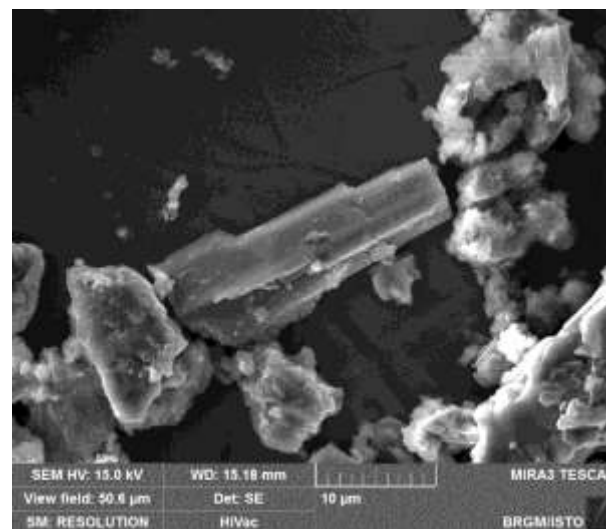
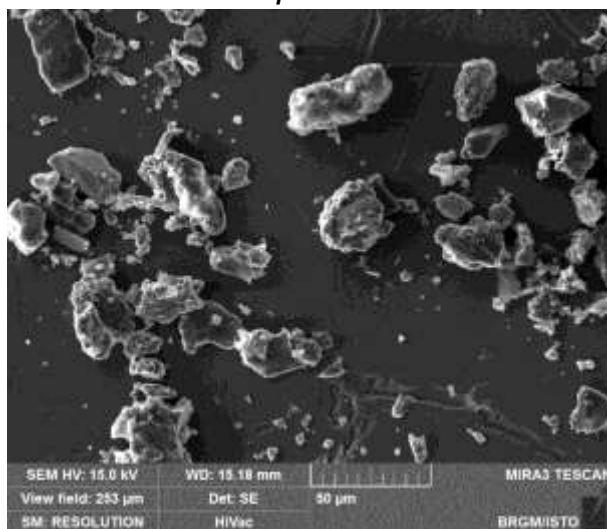
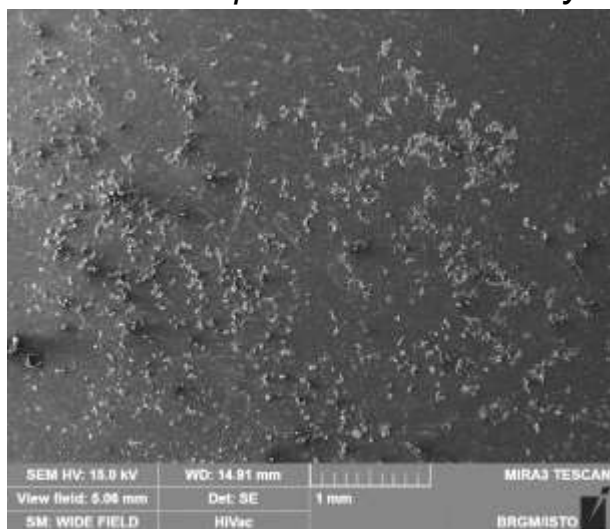
- Evaporation des solvants organiques → risque de contamination
- Adéquation particules + support / solvant
- Concentration en particules dans la suspension → risque de support peu ou trop « chargé »

## Dépôt direct d'une poudre sur un support

*Poudre micrométrique de carbonate de calcium pour usage cosmétique et pharmaceutique*

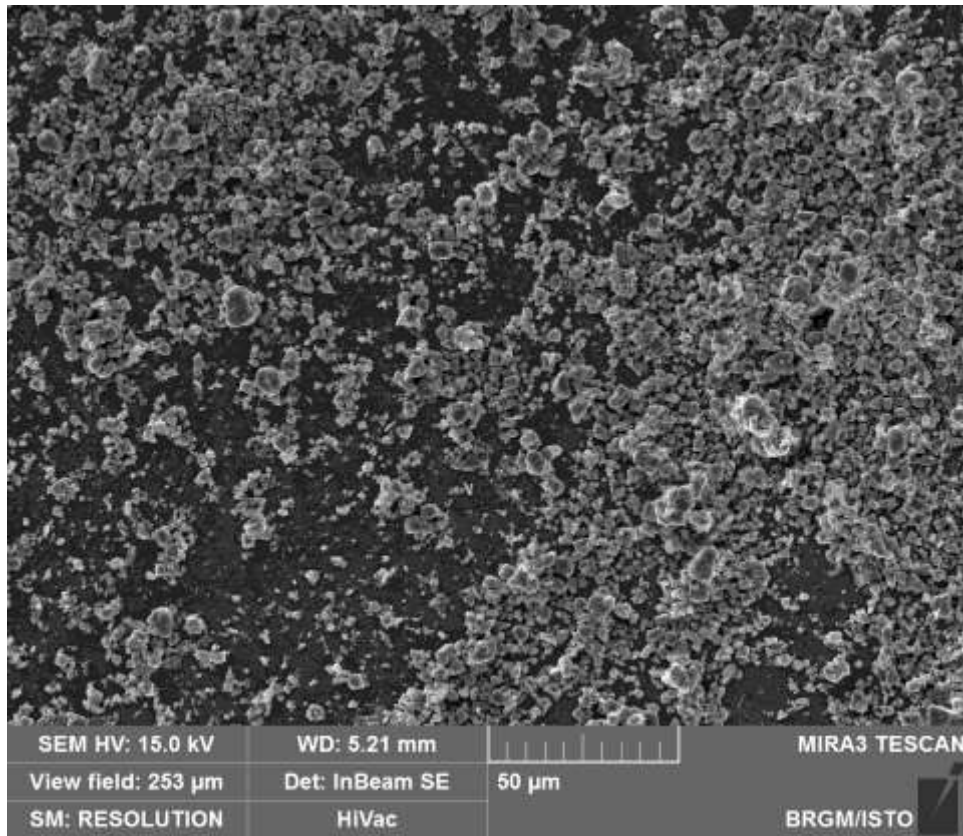


*Fraction < 1 µm d'un minéral broyé – recherche d'amphiboles fibreuses*

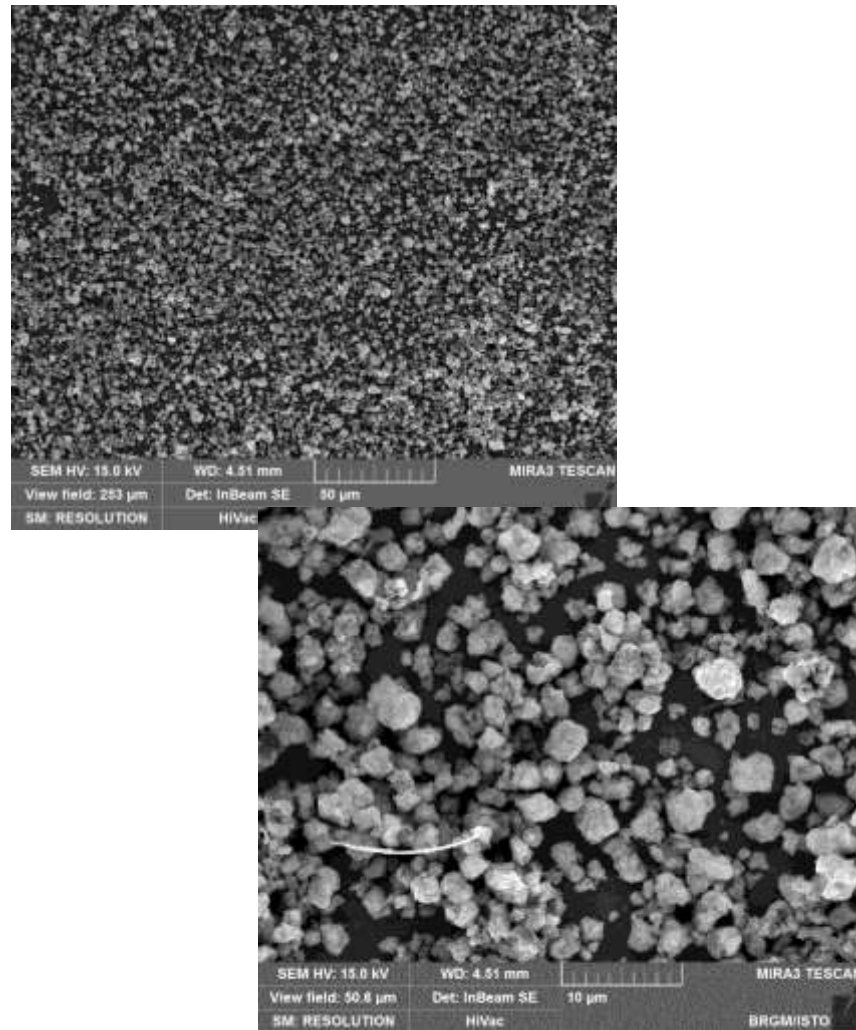


# Dépôt direct d'une poudre sur un support - défauts

*Bord de goutte – séchage lent*



*Suspension trop chargée*



## Dépôt direct d'une poudre sur un support - aérospray

### Principe

La suspension contenant la poudre est projetée sur le support à l'aide d'un flux gazeux (aérospray). Le dépôt obtenu est très régulier.

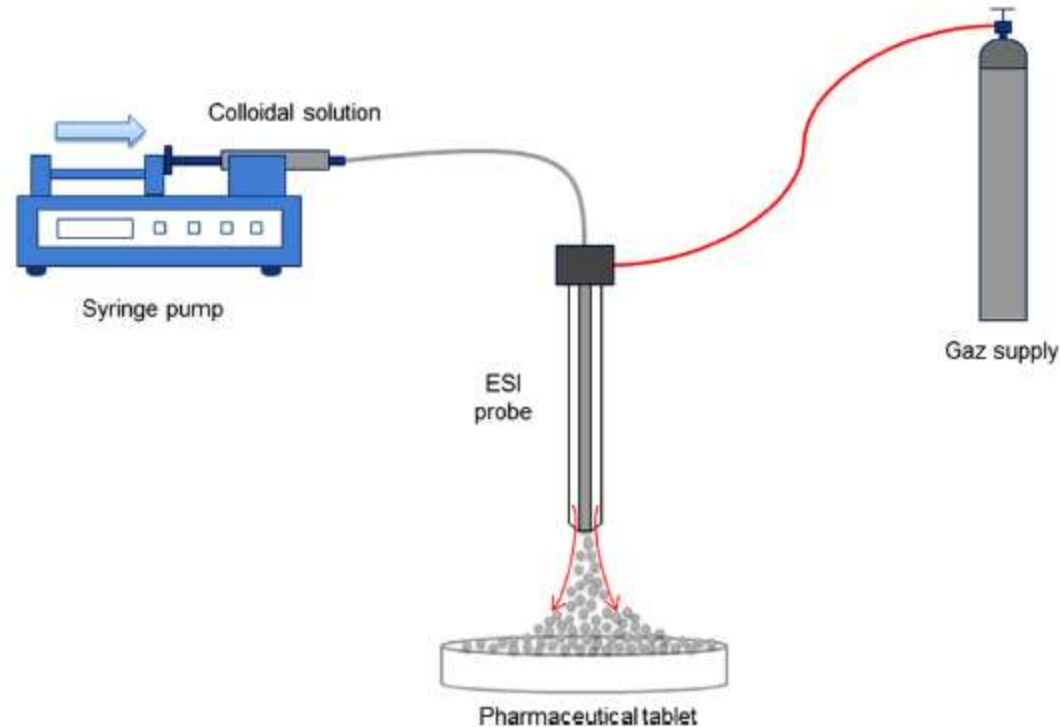


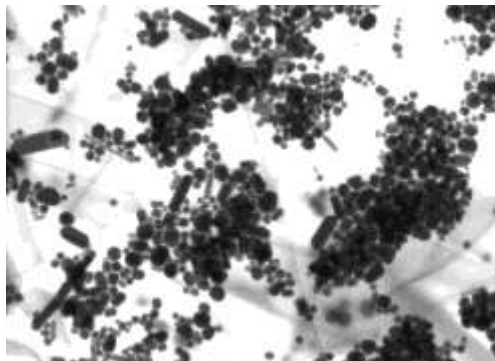
Fig. 2. Schematic diagram of the homemade spray-coating apparatus developed for this study.

*Dispositif expérimental \**

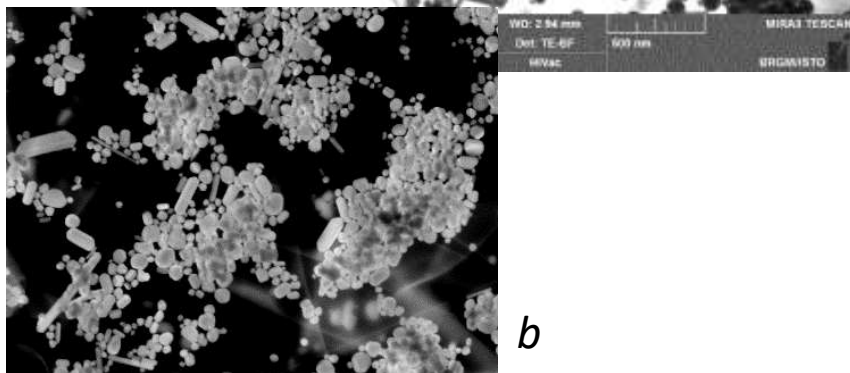
\* J. Cailletaud et al., *Talanta*, 188 (2018), pp. 584 - 592

# Dépôt direct d'une poudre sur un support - aérospray

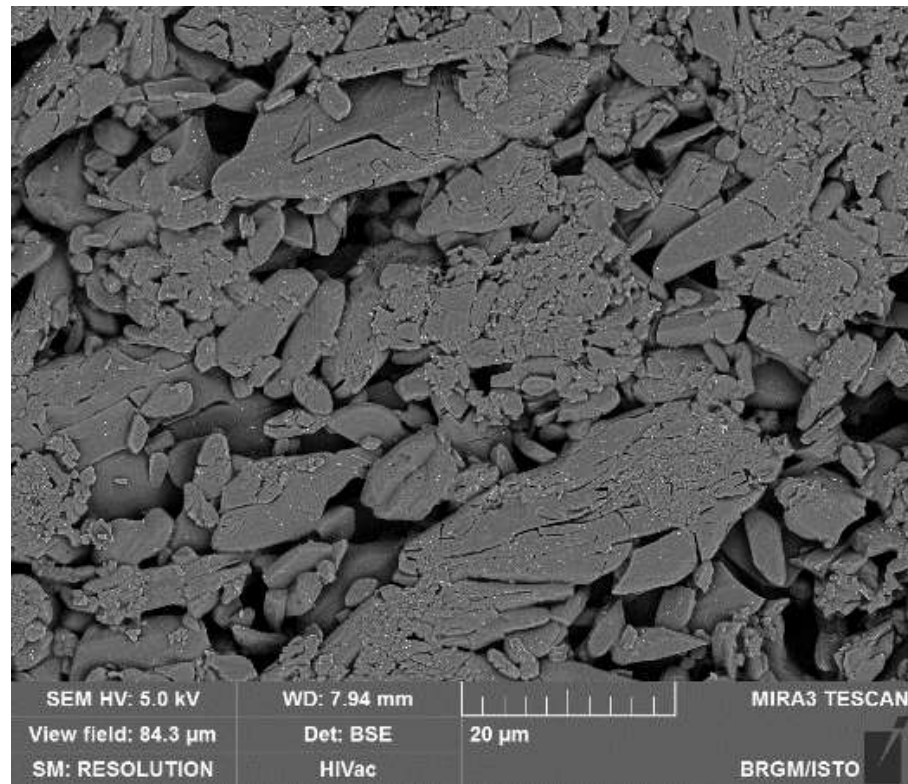
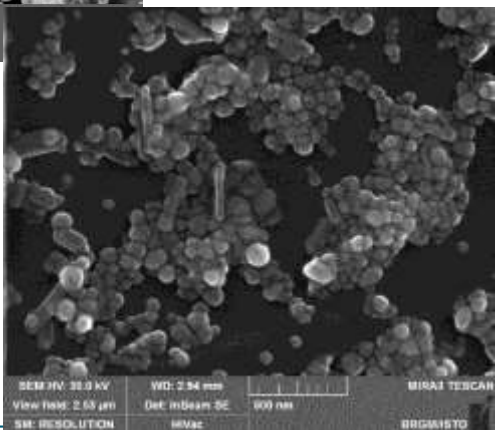
a



b



c



*Dépôt sur support poreux*

*Dépôt sur grille à membrane (a/ STEM BF; b/ STEM DF; c/ SE)*

# Récupération d'une poudre sur un filtre

## Filtration

Filtration d'un gaz, d'un liquide... à l'aide d'un dispositif d'aspiration (ex. analyse de poussières dans l'air), ou par filtration naturelle (écoulement d'un liquide à travers un filtre)



## Préparation du filtre

collage du filtre entier ou d'une fraction sur un support



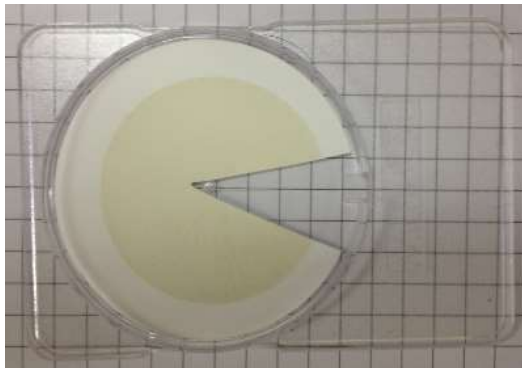
## Important

- *Métallisation: utilisation d'une platine inclinée rotative*
- *Attention à la nature du filtre (ex. filtre en fibres de verre non adapté à l'analyse de poussières minérales)*

métallisation éventuelle



Observation



# Récupération d'une poudre sur un filtre

## Avantages

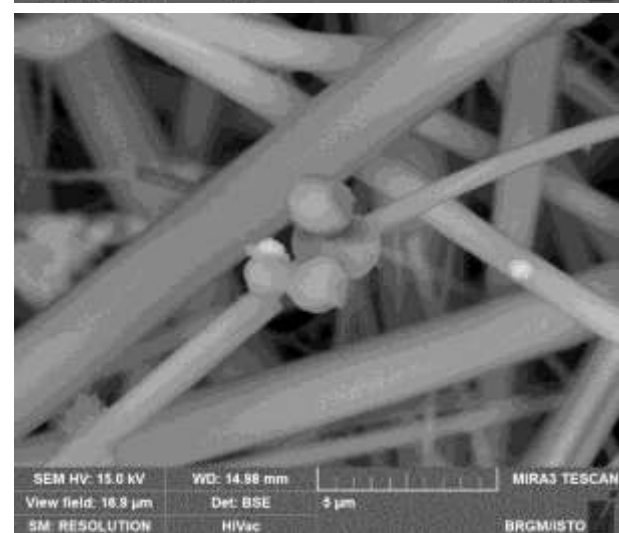
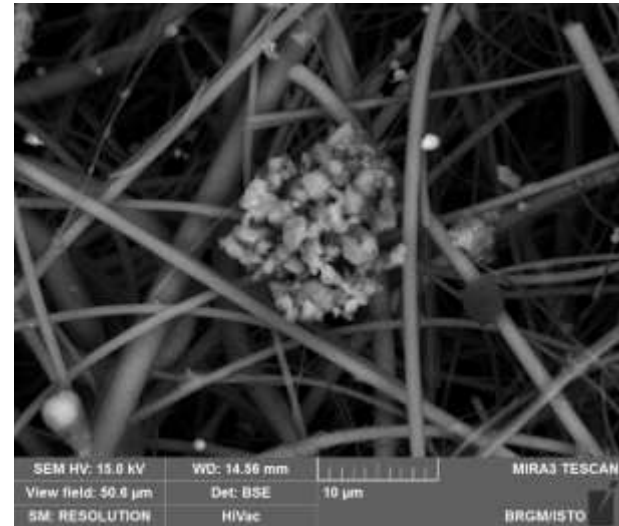
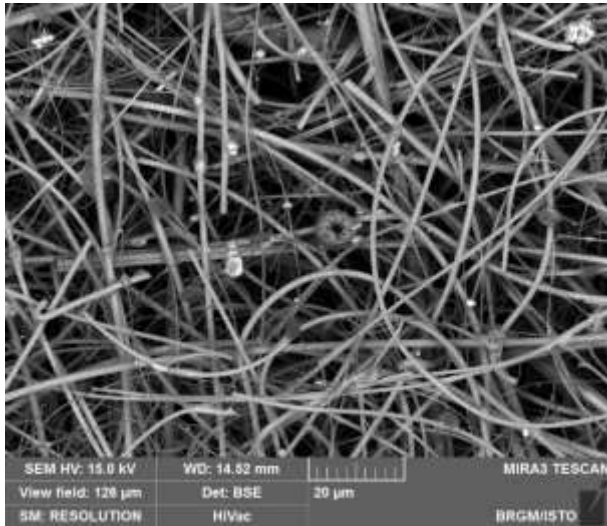
- Bien adapté pour les particules en suspension / aérosols
- Particules bien dispersées, élimine le risque d'agglomérats
- Il existe différents protocoles pour réaliser des dépôts sur grilles TEM, par dissolution ou calcination du filtre

## Défauts potentiels

- Composition du filtre vs nature des particules → analyse EDS
- Problème des particules qui pénètrent au cœur du filtre → non compatibles avec l'EDS
- Durée de filtration → influence sur la quantité de particules filtrées (filtre trop / trop peu chargé)

# Dépôt direct d'une poudre sur un support

Analyse de poussières émises dans l'air par un site de stockage de résidus de l'industrie minière



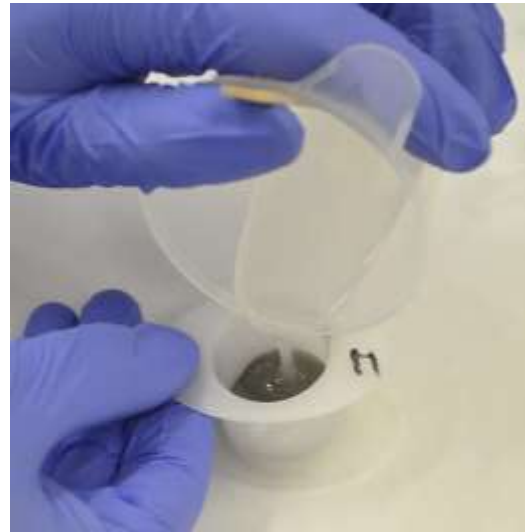
## Inclusion en résine

### Le matériel

- Poudre à analyser
- Résine adaptée à la poudre (typiquement résine époxy compatible vide secondaire)
- Moule
- Matériel de mise en forme (découpe, carottage...)
- Matériel de polissage



1) Ajout de poudre dans le moule



2) Coulage de la résine dans le moule contenant la poudre

### Ne pas oublier

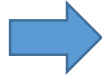
#### Choix de la résine

- Réactivité
- Fluidité
- Adhésion à la poudre

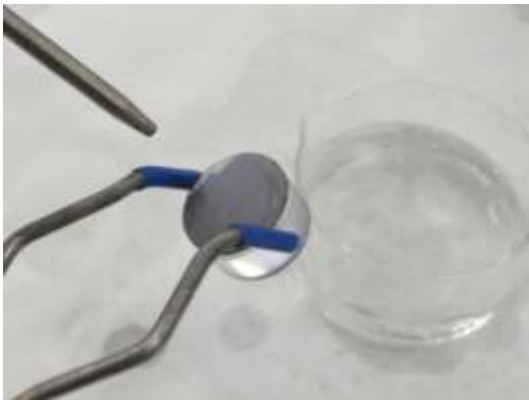
## Inclusion en résine



3) Polymérisation



4) Démoulage



6) Nettoyage puis séchage



5) Polissage

### Ne pas oublier

- Choix des paramètres de polissage
- Suspensions aqueuse ou autre
- Gamme et grains de polissage
- Pression, tapis...

## Inclusion en résine

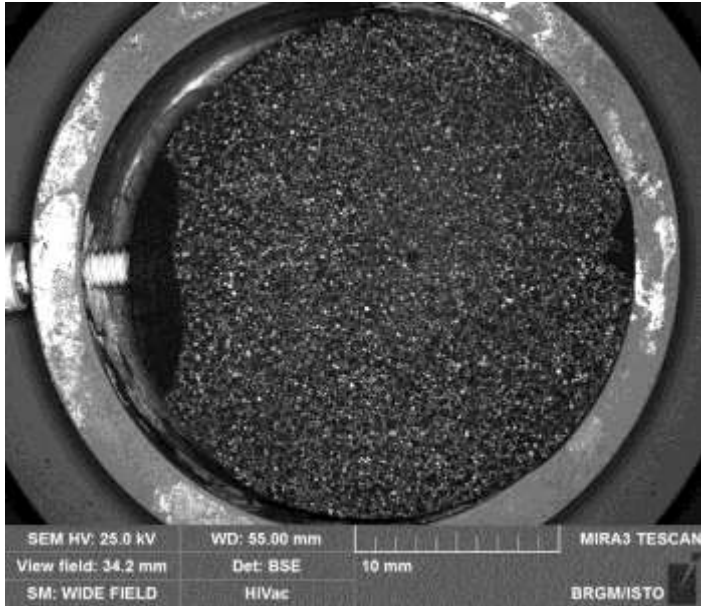
### Avantages

- Bien adapté à la microanalyse
- Permet d'obtenir une surface de bonne qualité pour la microanalyse
- Échantillon ré-observable

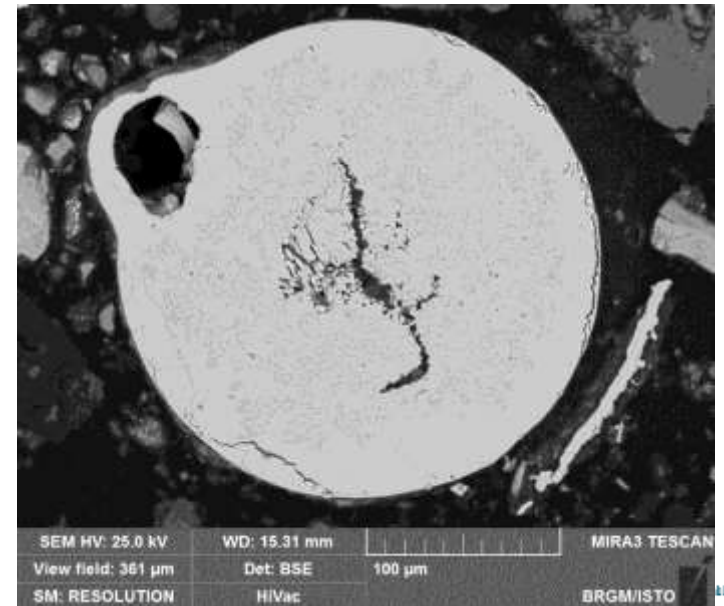
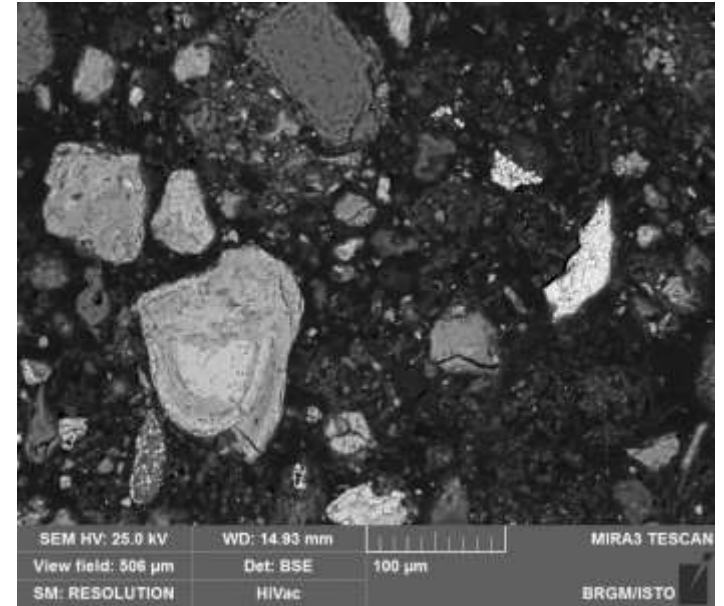
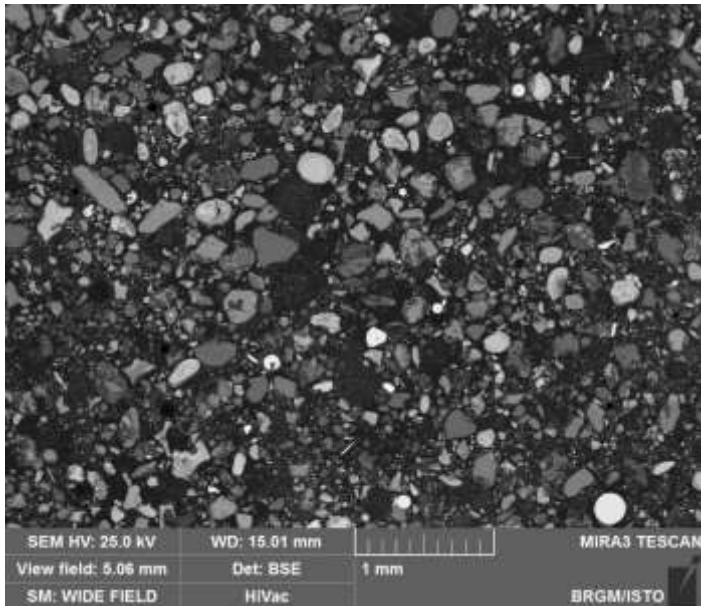
### Défauts potentiels

- Choix et préparation de la résine → risque de contamination
- Adhésion particules / résine → qualité du polissage en bord de grain
- Concentration en particules dans la préparation → risque de problèmes de polymérisation de la résine

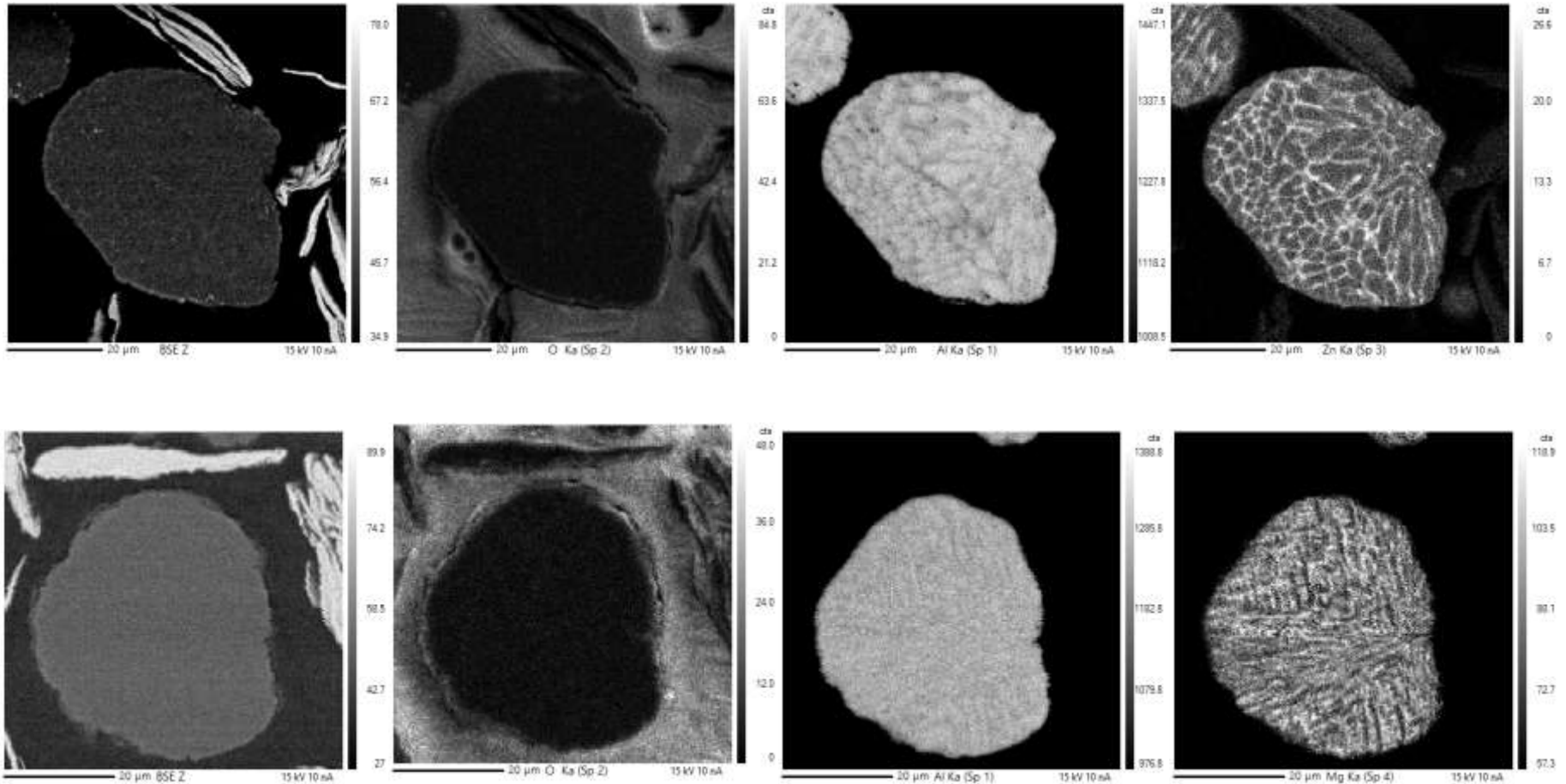
## Inclusion en résine



*Inclusion en résine  
d'une poudre (résidus  
de procédé industriel)*



# Inclusion en résine



*Inclusion en résine d'une poudre d'alumine –  
Cartographies microsonde (15 kV, courant 10 nA, faisceau focalisé)*

# Préparation en poudre compactée

## principe

Réalisation d'une pastille de poudre compactée pour l'analyse EDS / WDS



Dépôt d'une quantité suffisante de poudre dans un moule  
application d'une pression (10 t) dans une presse hydraulique (ou autre) de façon à compacter fortement la poudre

## Important

- *Ponts conducteurs : attention à la diffusion éventuelle de la laque d'argent / carbone*
- *Attention à la manipulation de la pastille qui peut être fragile (si possible, glisser la pastille du piston au support MEB)*
- *Poudre granulo > 10µm: peut être dispersée dans u autre produit*



## Préparation pour analyse

La pastille est récupérée (délicatement) puis fixée sur un support adapté pour le MEB ou la microsonde, puis carbonée / métallisée



Observation MEB ou microsonde

Si l'état de surface n'est pas convenable, un polissage (ex. polissage ionique) peut être réalisé.

## Préparation en poudre compactée

### Avantages

- Bien adapté à la microanalyse
- Permet d'obtenir une surface de bonne qualité (état de surface du piston)
- Échantillon ré-observable et récupérable
- Quantité de poudre faible

### Défauts potentiels

- Tenue mécanique de la pastille → selon poudre et force de compression
- Particules creuses ou sensibles à la pression → risque de modification / dégradation

## Préparation en poudre compactée

### Analyse d'une poudre de talc

Le talc est un silicate magnésien double-hydroxilé de formule  $Mg_6Si_8O_{20}(OH)_4$ . Il peut contenir différents éléments en traces (Fe, Na, Al, Ca...). Il est très utilisé, notamment en cosmétique ou en pharmacie, où la connaissance des teneurs en éléments-trace est très importante.

	Na2O	MgO	SiO2	Al2O3	K2O	CaO	TiO2	FeO	MnO	Total
moyenne	0,01	30,51	63,14	0,22	0,02	0,02	0,01	1,16	0,02	95,13
ecart-type	0,01	0,45	0,86	0,33	0,03	0,14	0,03	0,16	0,03	0,78
rock forming*	<b>0,51</b>	<b>30,38</b>	<b>63,02</b>	<b>X</b>	<b>X</b>	<b>X</b>	<b>X</b>	<b>1,02</b>	<b>X</b>	<b>95,27</b>

OH = 4,73

*Le résultat de l'analyse sur pastille de poudre compactée est tout à fait cohérent par rapport aux données de la littérature. Dans le cas présent, cette préparation a permis d'obtenir une analyse précise de la poudre, et de réutiliser l'échantillon pour d'autres analyses ultérieures.*

\* Deer, Howie and Zussman, *Rock Forming Minerals 2<sup>nd</sup> edition (2009), Vol. 3B layered silicates excluding micas and clay minerals*, ed. The geological society, London

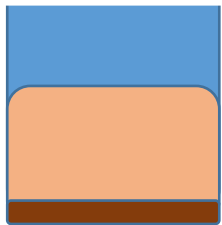
## Préparation en poudre compactée

### Analyse d'argiles à usage pharmaceutique / cosmétique

Analyse minéralogique d'un échantillon brut d'argile → caractérisation de la fraction fine ( $< 2\mu\text{m}$ ) afin de déterminer la formule structurale de la smectite, phase argileuse très majoritairement présente

#### Chimie des argiles

- *Perte au feu*
- *Analyse élémentaire majeurs, mineurs et traces*



*Récupération de la fraction fine par sédimentation, centrifugation et séchage*

*Lame d'argile orientée*



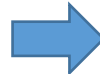
DRX argiles

# Préparation en poudre compactée

## Analyse d'argiles à usage pharmaceutique / cosmétique

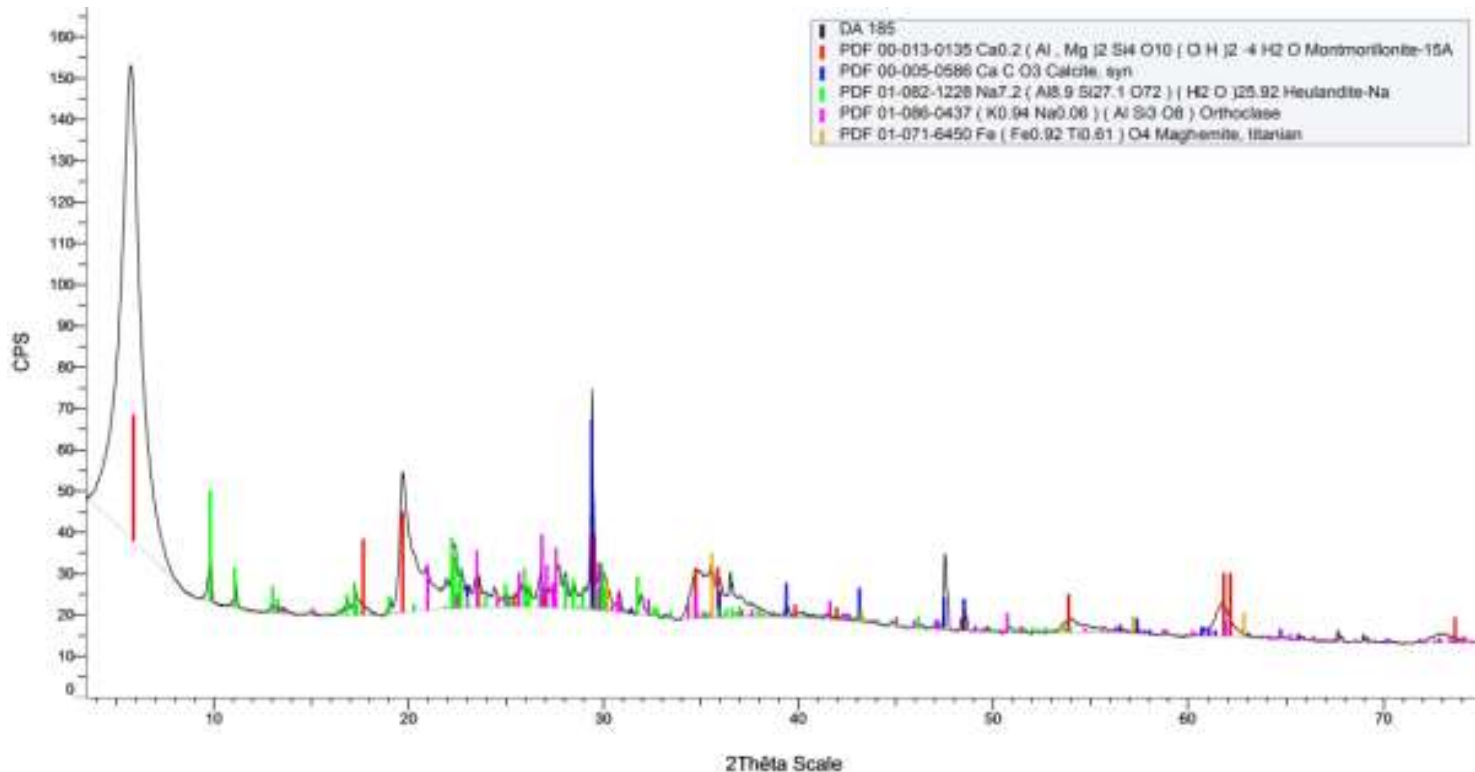
### DRX argiles

- DRX sur lame orientée glycolée
- Test de Green-Kelly (argiles gonflantes)
- Identification des phases présentes
- Analyse quantitative par affinement Rietveld



### Besoin d'informations complémentaires:

- Images des particules d'argile
- Analyse quantitative et homogénéité de la phase argileuse

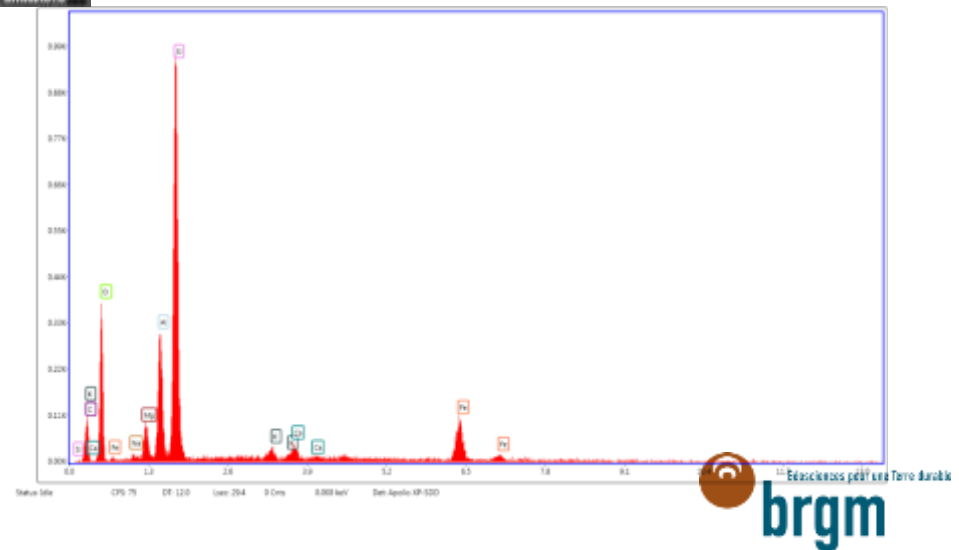
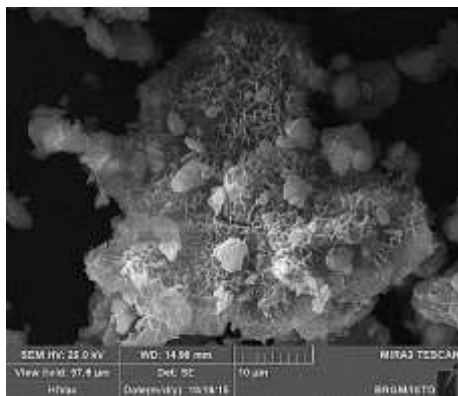
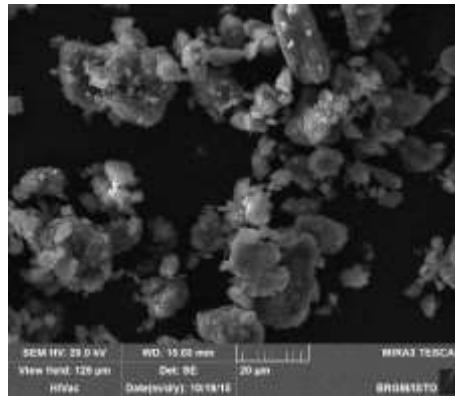
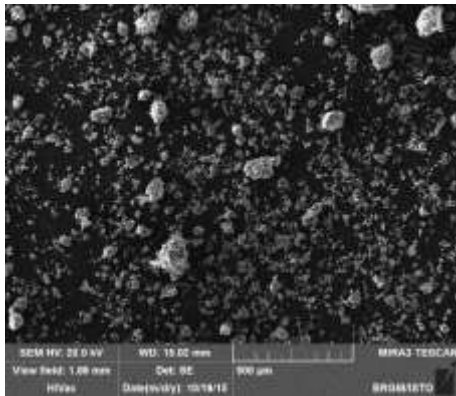


# Préparation en poudre compactée

## Analyse d'argiles à usage pharmaceutique / cosmétique

### MEB argiles

*Poudre saupoudrée sur adhésif ou dépôt d'une suspension d'argile (peut être fait en même temps que la lame orientée DRX)*



## Préparation en poudre compactée

### Analyse d'argiles à usage pharmaceutique / cosmétique

Analyse microsonde sur pastille carbonée (20 nm):

15 kV, courant 10 nA, faisceau focalisé

TAP: Si, Al, Na, Mg // PET: K, Ti, Ca // LiF: Fe, Mn

O calculé par stoechiométrie

Le calcul de formule structurale permet de déterminer les Fe<sup>III</sup> et les OH<sup>-</sup>.

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Na <sub>2</sub> O	CaO	K <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	MnO	Total
Point 1	57.318	16.391	4.674	0.285	1.767	0.934	7.648	0.576	0.130	<b>89.723</b>
Point 2	58.132	16.760	4.412	0.174	2.005	1.257	7.516	0.623	0.138	<b>91.017</b>
Point 3	57.716	16.573	4.761	0.207	1.748	0.699	8.263	0.609	0.000	<b>90.576</b>
Point 4	57.101	16.234	5.015	0.321	1.760	0.736	8.875	0.641	0.092	<b>90.775</b>
Point 5	57.345	16.747	4.579	0.233	1.708	0.921	7.817	0.557	0.127	<b>90.034</b>
Point 6	58.995	16.658	4.249	0.191	1.782	1.350	8.517	0.548	0.112	<b>91.727</b>
Point 7	57.408	16.020	4.710	0.222	1.782	1.083	7.973	0.631	0.097	<b>89.926</b>
Point 8	57.450	16.383	4.576	0.234	1.678	0.671	7.743	0.912	0.030	<b>89.677</b>
Point 9	58.632	16.346	4.530	0.209	1.910	0.834	8.092	0.704	0.053	<b>91.310</b>
Point 10	57.981	16.109	4.098	0.235	2.116	1.650	7.637	0.540	0.000	<b>90.366</b>
<b>Moyenne</b>	<b>57.808</b>	<b>16.422</b>	<b>4.460</b>	<b>0.231</b>	<b>1.826</b>	<b>1.014</b>	<b>8.008</b>	<b>0.634</b>	<b>0.078</b>	<b>90.581</b>



# Préparation des poudres

- Introduction: Qu'est-ce qu'une poudre ? Préparation d'une poudre, pourquoi est-ce spécifique ?
  - Définition et caractéristiques d'une poudre
  - Pour quels besoins ?
  - Quels problèmes ?
- Préparation d'une poudre, Principales méthodes
  - Dépôt sur adhésif
  - Dépôt direct sur support
  - Inclusion en résine
  - Pastillage
- Conclusion

Préparation des poudres  
pour le MEB  
et la microanalyse

## **Conclusion**

### **Préparer une poudre pour le MEB et la microanalyse**

- **Différentes méthodes possibles**
  - Poudre dispersée ou compactée, enrobée, filtrée
  - Différents supports possibles
  - Différentes voies de dispersion et de fixation
- **Adapter la méthode aux besoins**
  - Dispersion des particules → idéal pour les aspects d'imagerie (morphologie, comptage, chimie qualitative..) mais peu adapté à l'analyse EDS / WDS quantitative
  - Analyse élémentaire → poudre compactée, enrésinée – polie...

Fibres d'actinolite, amiante  
Haute Corse, France

*Merci pour votre attention  
Questions ?*



SEM HV: 15.0 kV

WD: 14.94 mm

MIRA3 TESCAN

View field: 506 µm

Det: SE

100 µm

SM: DEPTH

HiVac

BRGM/ISTO