



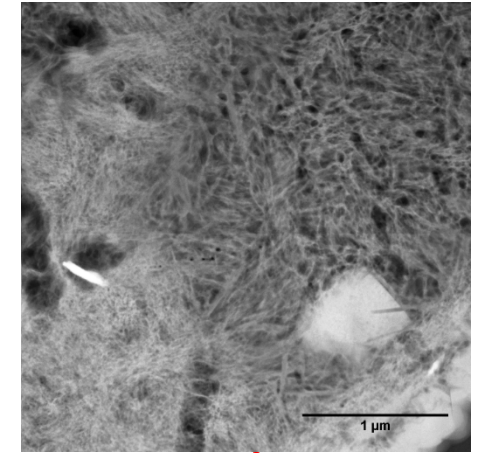
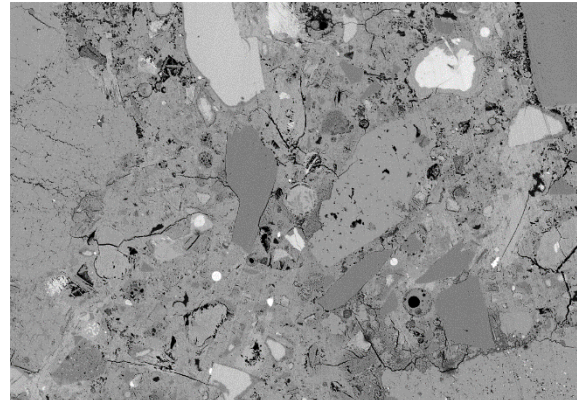
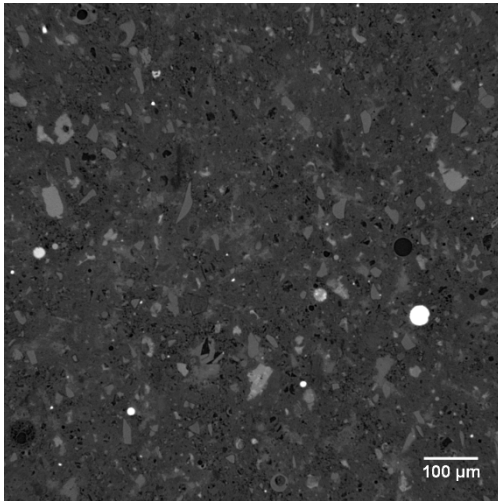
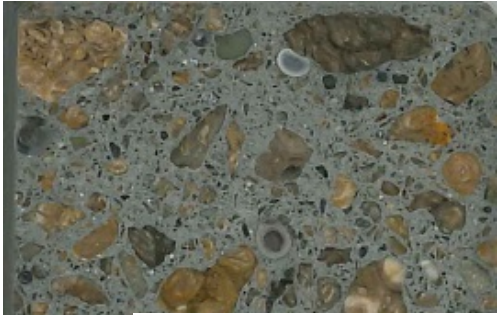
Institut de Minéralogie, de Physique des  
Matériaux et de Cosmochimie



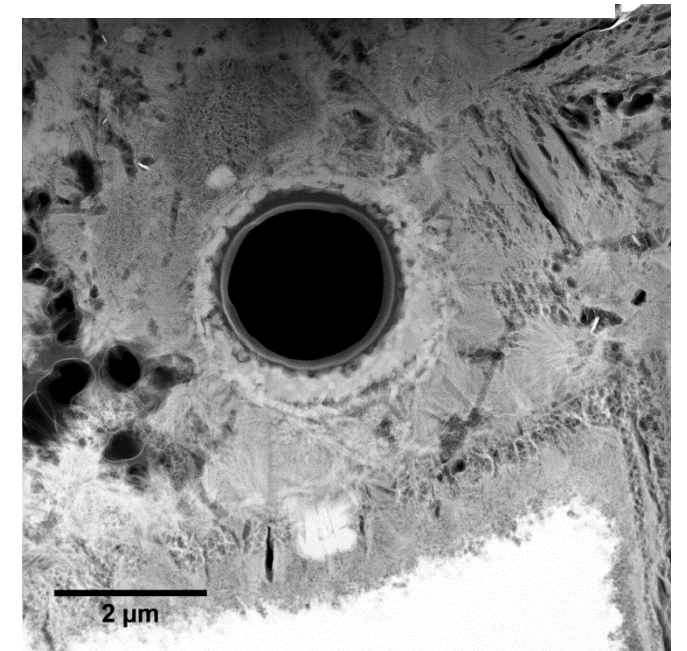
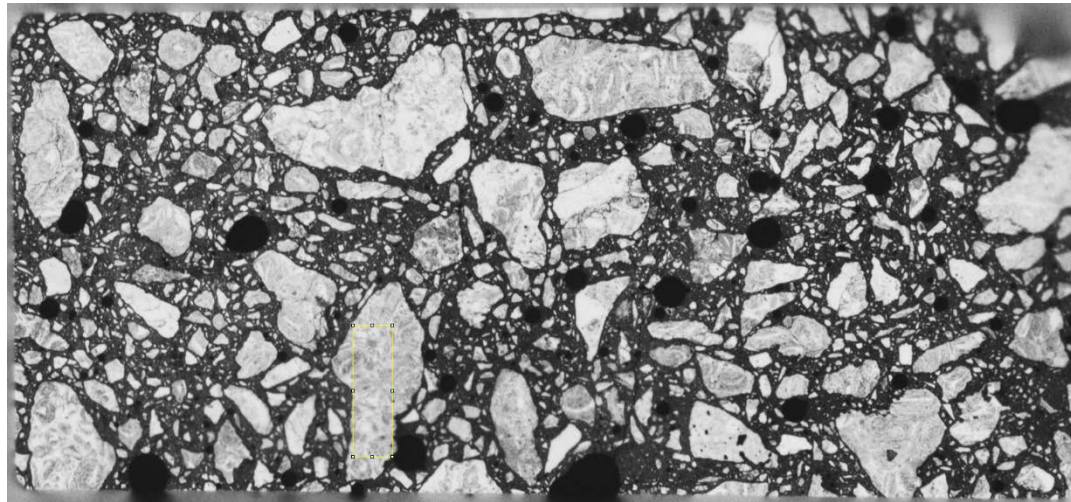
Bureau de Recherche Géologique  
et Minière

## Préparation d'échantillons complexes et hydratés

Imène ESTEVE (IMPMC) et Stéphane Gaboreau (BRGM)



Comment imager et caractériser la microstructure de matériaux poreux hydratés du centimètre au nanomètre ?



## Les roches argileuses

Argile de BOOM

10000  $\mu\text{m}$

Matériau hygroscopique (sensible au variation d'humidité et de température)  
Différence de dureté entre les grains (quartz, carbonates, argile, hydrate)  
Hétérogénéités spatiales

Argile du Callovo-Oxfordien

100  $\mu\text{m}$

## Les matériaux cimentaires

Béton

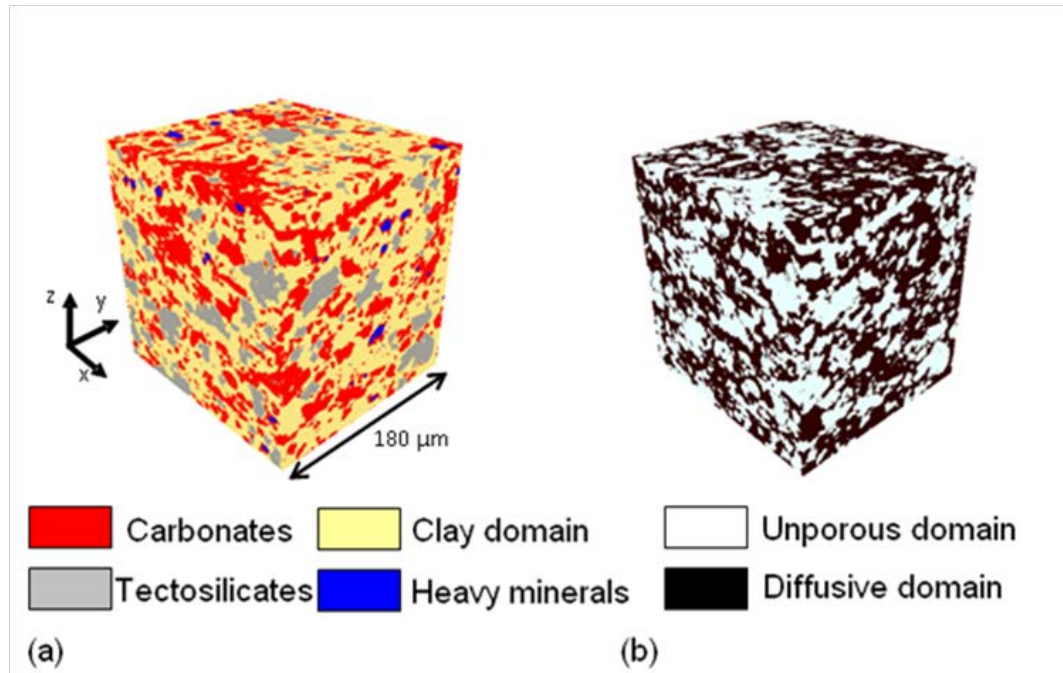
1 cm

100  $\mu\text{m}$

10000  $\mu\text{m}$

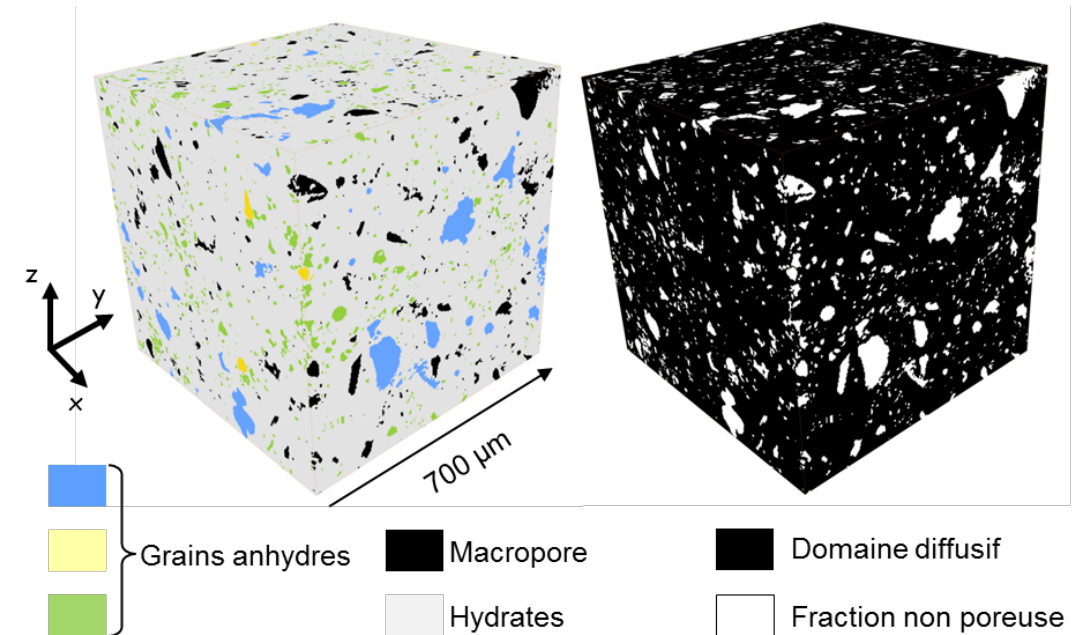
# Matériaux multi-phasés et multi-échelles

## Les roches argileuses



3D volume of the COx mudstone extracted from X-ray synchrotron tomography

## Les matériaux cimentaires



3D volume of CEM V PCH X-ray tomography (voxel 1 x 1 x 1 µm<sup>3</sup>)

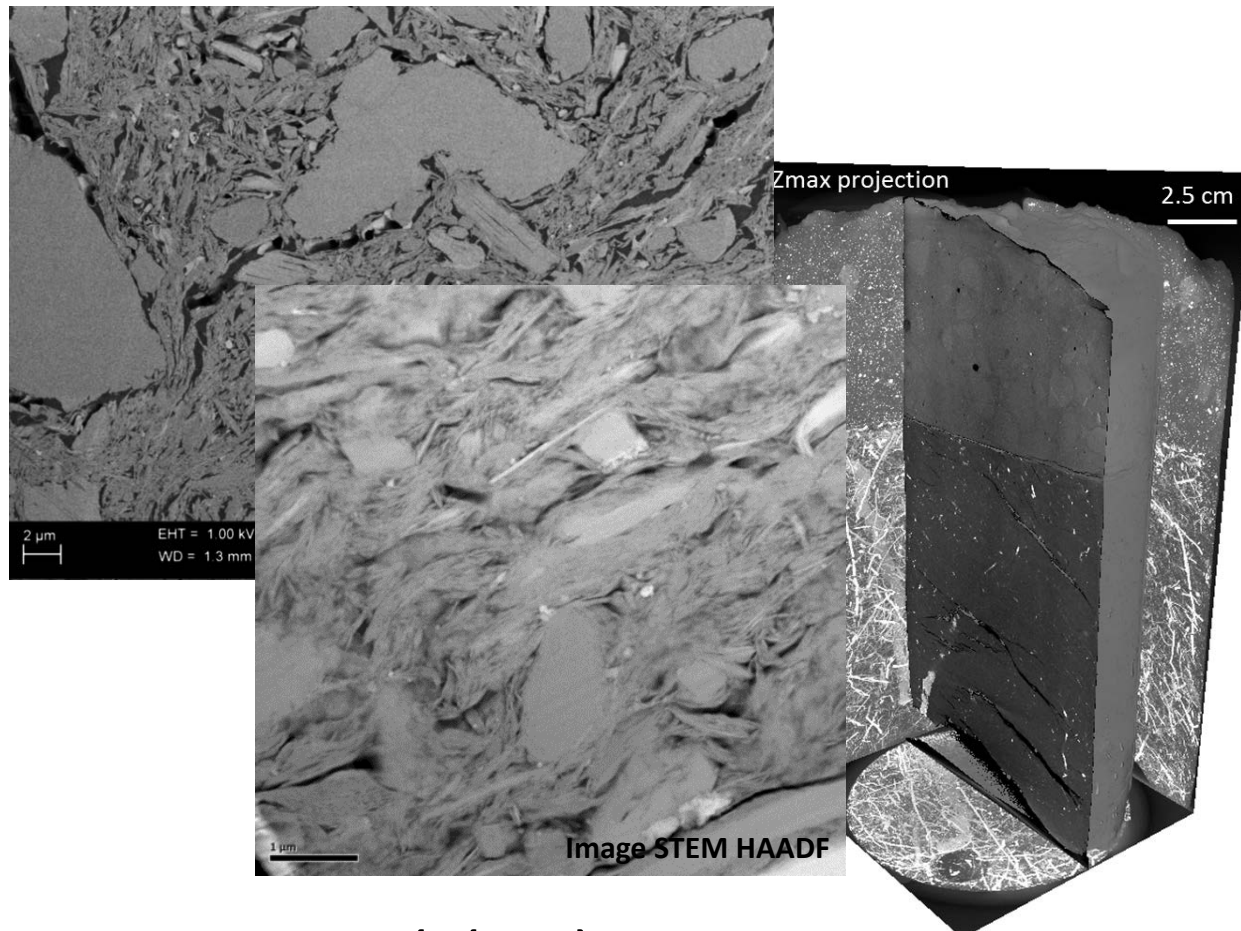
Nécessité d'imager de grandes surfaces → volume élémentaire représentatif

# Matériaux multi-phasés et multi-échelles

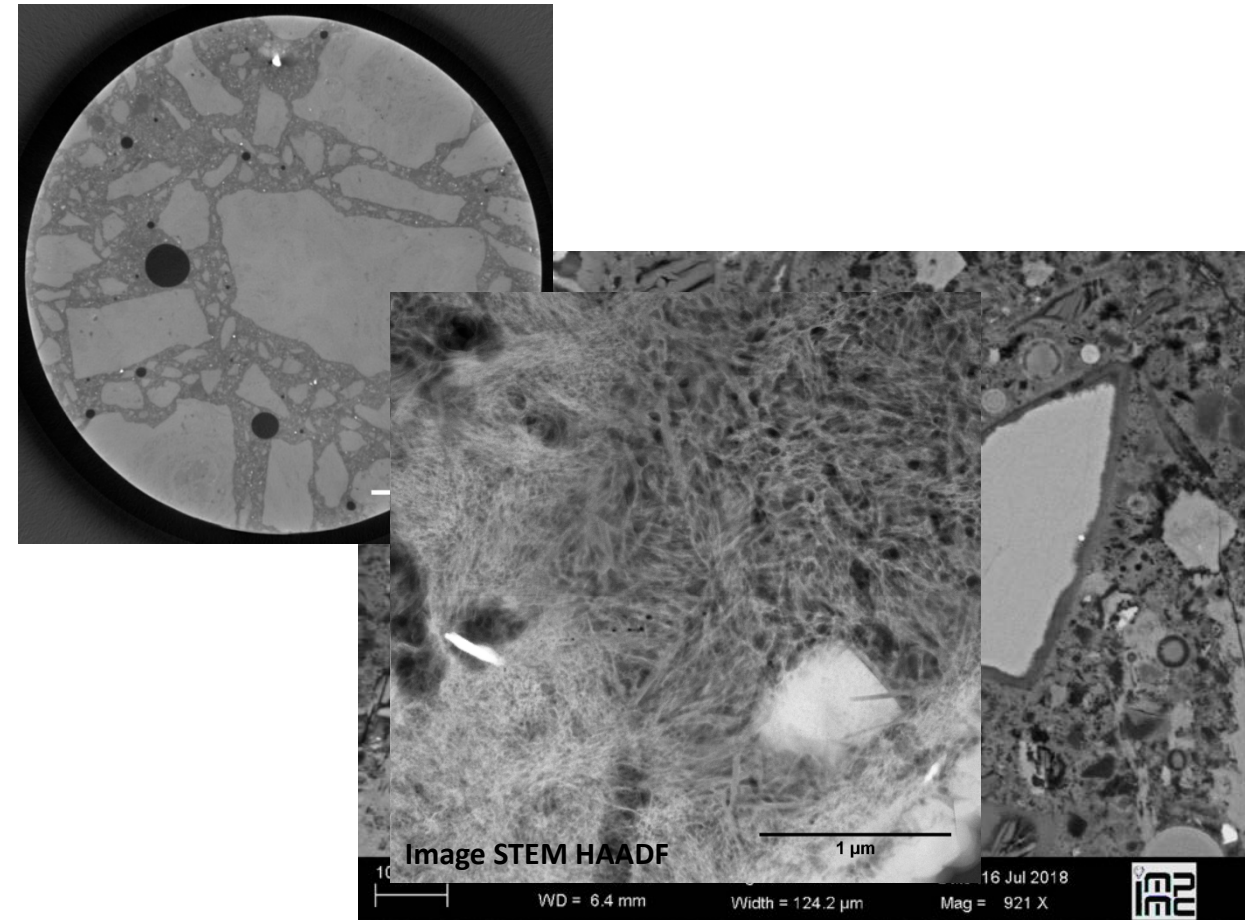
Même à l'échelle nano!!

Les roches argileuses – les minéraux argileux

Les matériaux cimentaires – les phases hydratées

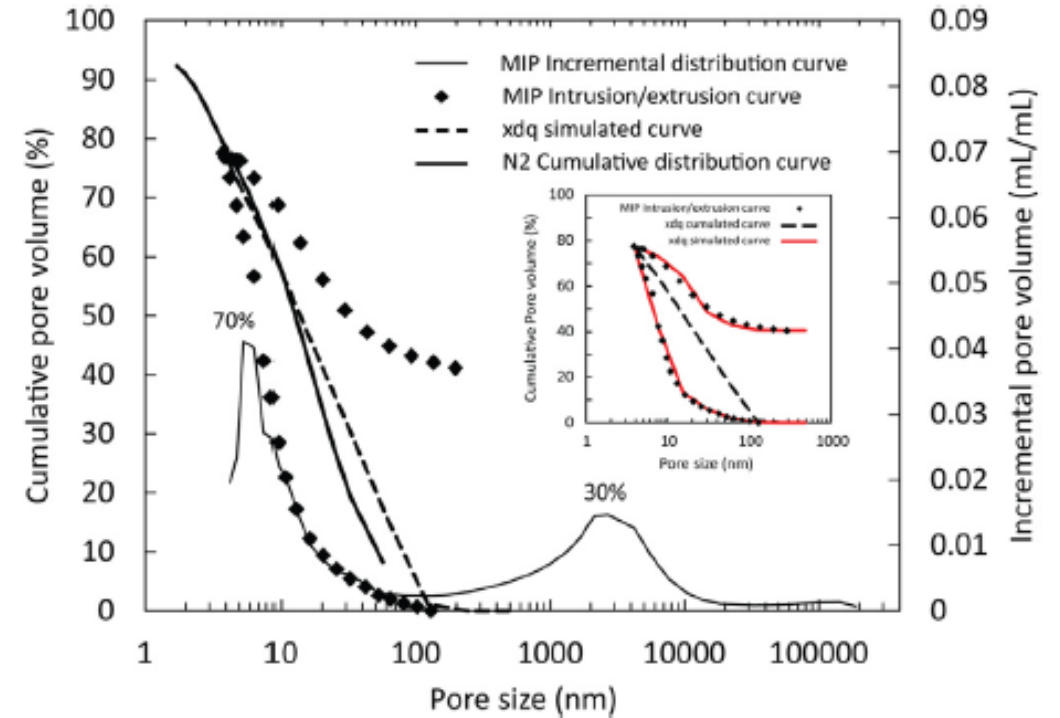
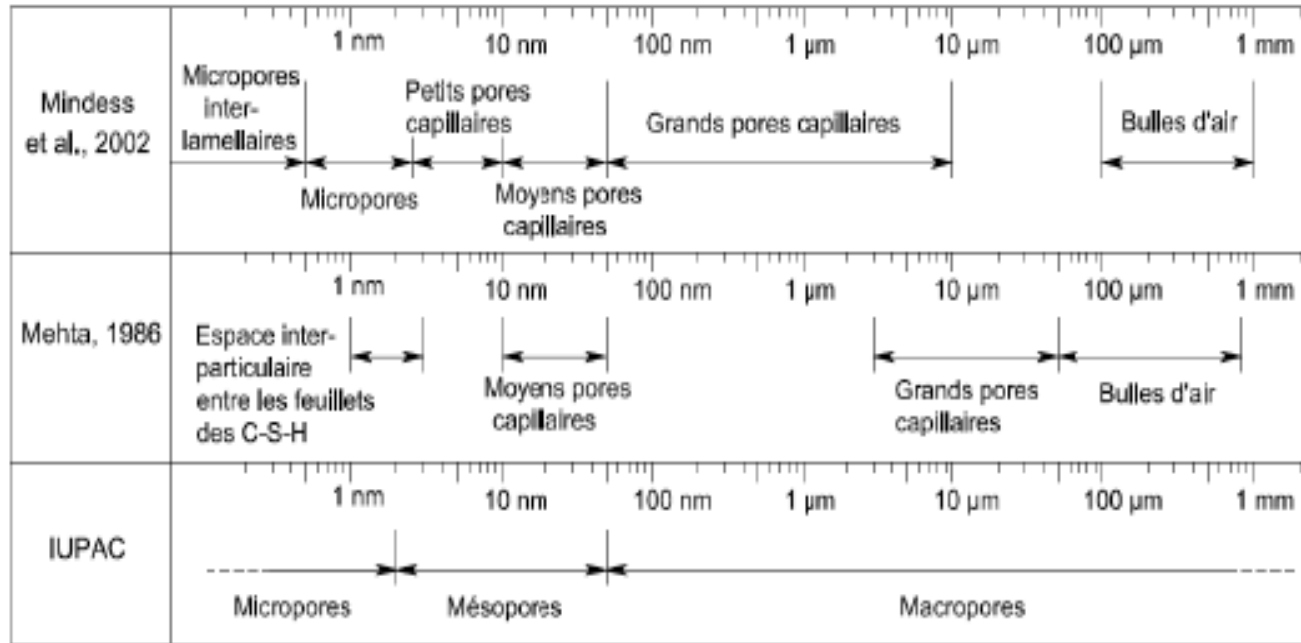


Hétérogènes anisotropes



Hétérogènes mais isotropes

# Caractéristiques communes



Gaboreau et al., 2016

Milieux poreux complexes  
 Pores millimétriques à infra nanométriques  
 Changement d'échelle → taille des échantillons

## Caractéristiques communes

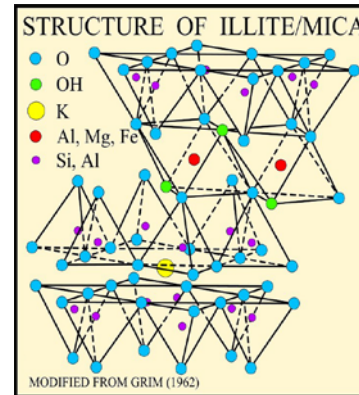
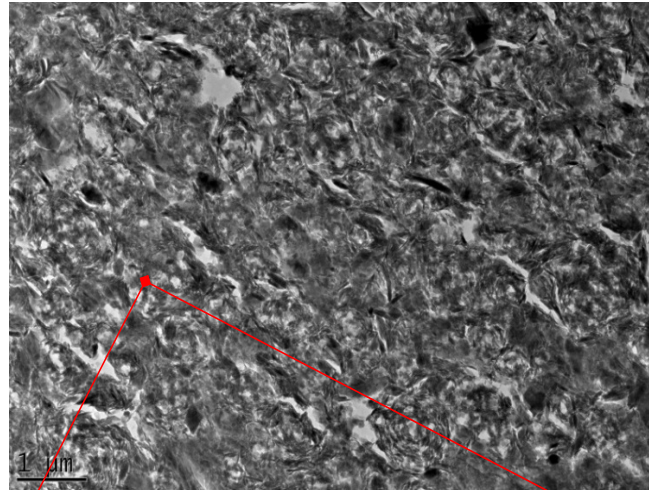
Porosité inter-lamellaire infra-nanométrique

Charge de surface

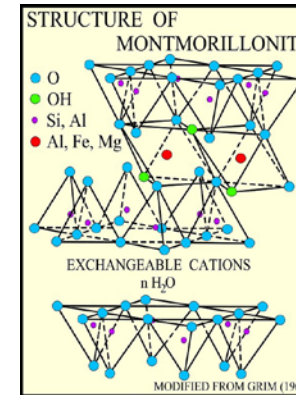
Accessibilité à l'eau, solvant et résine

Fraction majeure du domaine poral

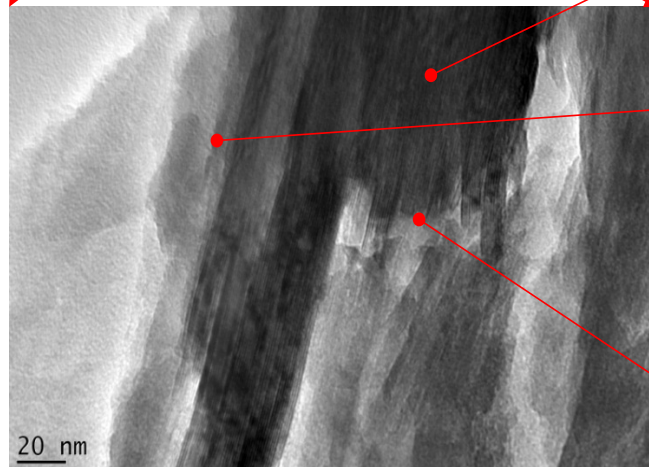
**Contrôle du comportement macroscopique**  
 (Transfert de polluant, Propriétés mécaniques)



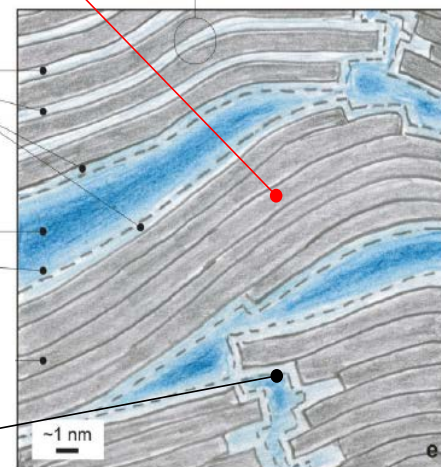
Non-swelling clay mineral  
(e.g. illite)



Swelling clay mineral  
(e.g. montmorillonite)



Interlayer pore volume  
 External basal surfaces  
 Bulk solution  
 Solution volume influenced by basal surface charge



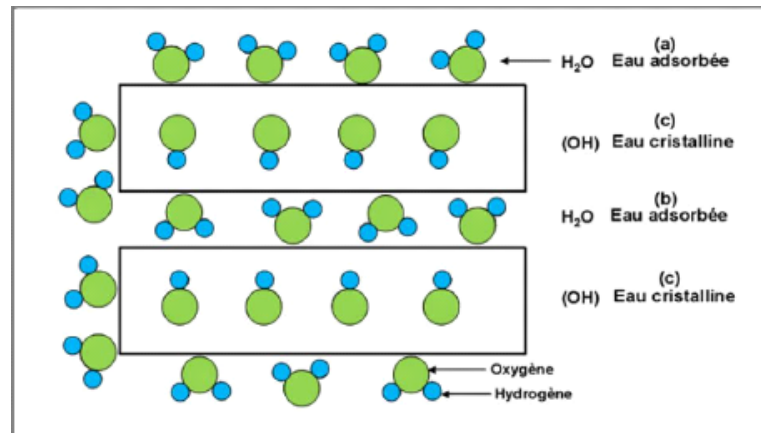
Clay edges

## Les roches argileuses

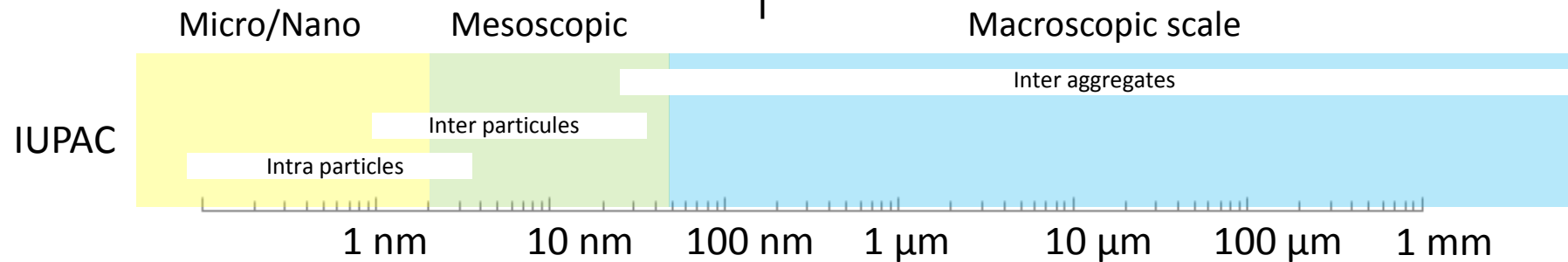
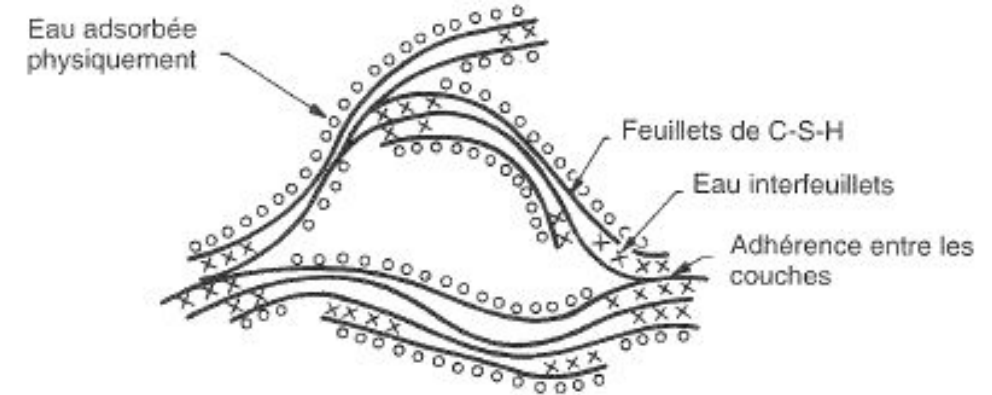
## Les matériaux cimentaires

**Imager la microstructure dans un état similaire à un état saturé à l'eau**

- Les roches argileuses



- Les pâtes de ciment hydratés

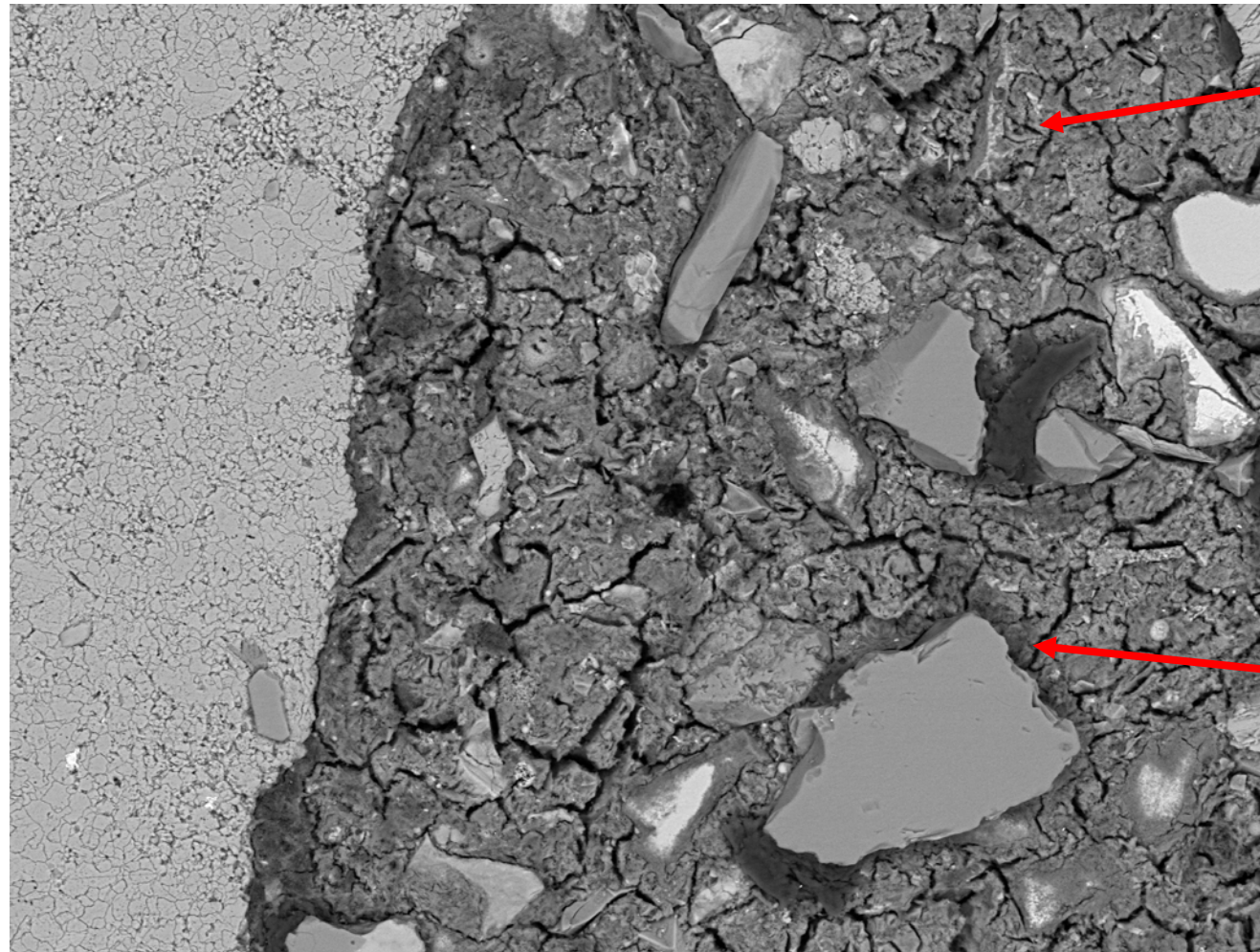


**Impact du nanomètre sur les effets macroscopiques**

éviter les artéfacts de préparation, tout en préservant la chimie et la structure (porosité, architecture)...



éviter les artéfacts de préparation, tout en préservant la chimie et la structure (porosité, architecture)...



Matrice  
craquelée

**Ciment hydraté  
(champ FOV 200 $\mu$ m)**

Problème  
d'ombrage  
niveaux de gris  
topographiques

## Les étapes pour plusieurs objectifs

### Découpe et séchage

- Eviter la déformation du réseau poreux
- Eviter la fissuration
- Retirer toute l'eau (eau confinée interlamellaire) sans modifier les tailles de pores**

### Imprégnation

- Remplir tous les pores (micropores et les espaces interlamellaires)
- Stabilisation des matériaux (échange eau)
- Lisser différences de dureté entre les grains
- Eviter les rayures et l'arrachement lors du polissage (augmentation de la cohésion)

### Polissage

- Obtenir une planéité parfaite sur petite, moyenne et **grande surface cm<sup>2</sup>**
- Permettre l'imagerie rétrodiffusée basse énergie pour interprétation des niveaux de gris
- Permettre les analyses microscopie, EDS-MEB, EDS TEM

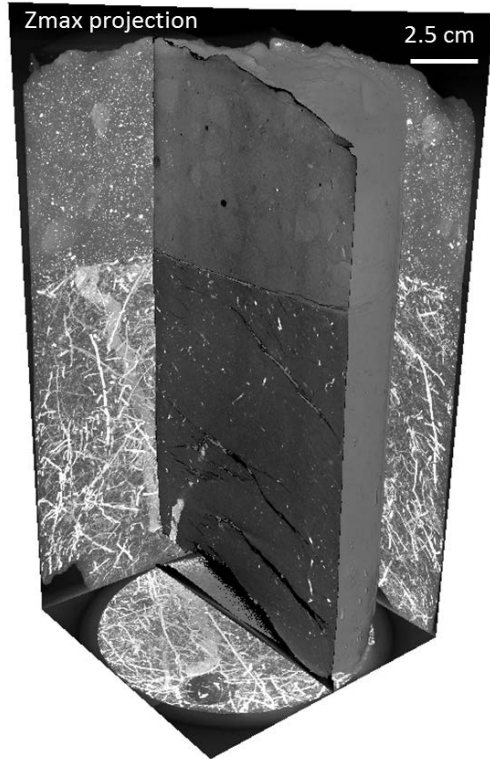
### Analyses

- multi-techniques
- multi-échelles
- mesure de porosité
- Cartographie minéralogique

Microstructure

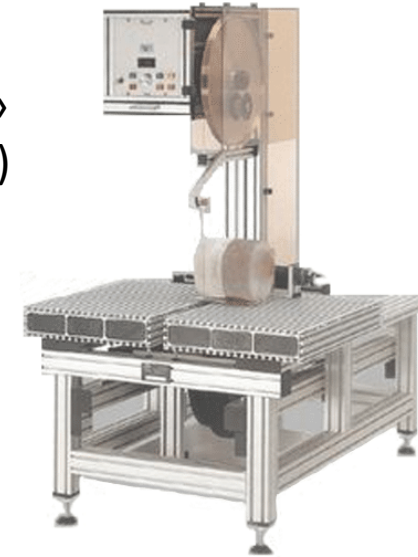
## Découpe et séchage

Dans l'idéal ... Avec du temps et de l'argent !



μtomography visualization (voxel size  $61 \mu\text{m}^3$ )

Méthodes « douces »  
(scie à fil diamantées)  
Gros volumes



Éviter les microfissurations

Méthodes « douces »  
(micro-préparation)  
Petits échantillons

Visualisation de l'échantillon

Spatialisation des hétérogén. Macros.

Découpe virtuelle pré-sciage



# Séchage

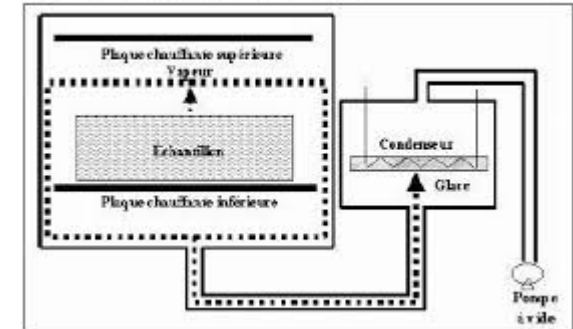
Matériaux plastiques ou élastiques

Déformation du volume (contraction – expansion)

Température avec transition de phase, amorphisation



Figure 1. Descriptif d'un lyophilisateur



Séchage à l'étuve (température élevée jusqu'à 150°C pour retirer l'eau confinée)

→ pb de transition de phase ou amorphisation, contraction fissuration

Lyophilisation (azote liquide, azote pateux)

→ (problème de vitesse de congélation, croissance de cristaux de glace, eau résiduelle)

Séchage étuve sous vide (température plus faible)

→ (bon compromis, sur les cinétiques de séchage)

Échange de solvant (temps long en fonction de la taille des échantillons), choix du solvant !

→ (déformation lié au gonflement des argiles)

*Acétone 0.48 nm, moment dipolaire 2.88*

*éthanol 0.46 nm, moment dipolaire 1.66*

*Méthanol 0.40 nm, moment dipolaire 1.7*

*Eau 0.34 nm, moment dipolaire 1.6-1.9*

## Imprégnation – choix du monomère

Table 2.1 Approximate viscosity at 25 °C of various monomers used in electron microscopy

Monomer	Viscosity (cP)
Araldite 502	3000
DDSA	290
DER 736	30-60
DER 332	40-55
DER 732	55-100
DER 334	500-700
DMAE (dimethyl aminoethanol)	60
DMP-30	20.5
Durcupan	100
Embed	4.1
Epon 812	15-21
ERL 4206 (VCD)	7.8
Glycol methacrylate	50.8
HHPA (hexahydrophthalic anhydride)	solid
JB4	5.4
LX-112	7.2
LR White	8
LEMIX	70.8
Maraglas 655	500
Nanoplast	48
NMA (MNA)	275
NSA (nonenyl succinic anhydride)	117
Pelco Medcast	5.4
Poly/Bed 812	9.1
Quetol 651	15
Quetol 523	23
Quetol 653	40
Quetol 812	140
Styrene	0.7

Monomer	Dipole moment (D)	Viscosity (mPa.s)	Molecule size (nm)	Monomer Density	Polymer density
acroléine	3,1	0,33		0,84	1,35
acide acrylique	1,6-2,6	1,3		1,05	
acrylonitrile	3,9	0,42	0,468	0,8	1,17
Styrène	0,12	0,69	0,593	0,9	1,05
LR White		8			
MMA	1,6-1,97	0,6	0,383	0,94	1,18
Water	1,83	1	0,343	1	-

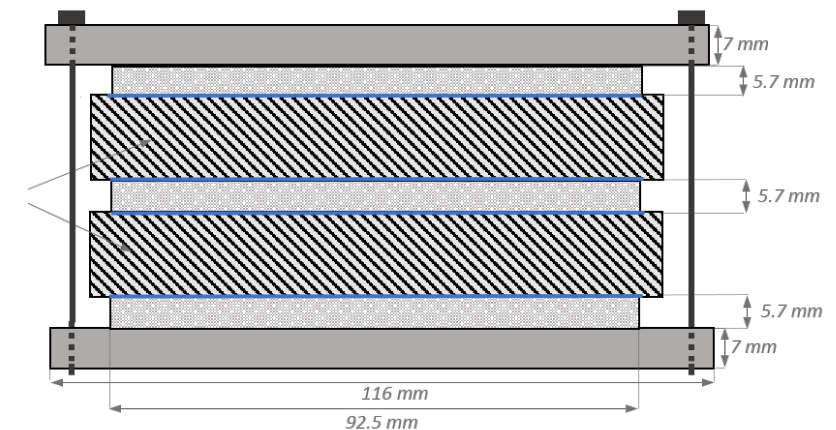
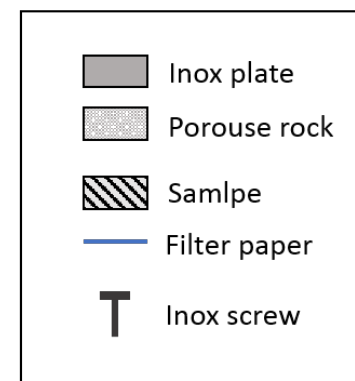
### Imprégnation par diffusion

De 1 jours à plusieurs mois  
(fonction de la taille de l'échantillon)

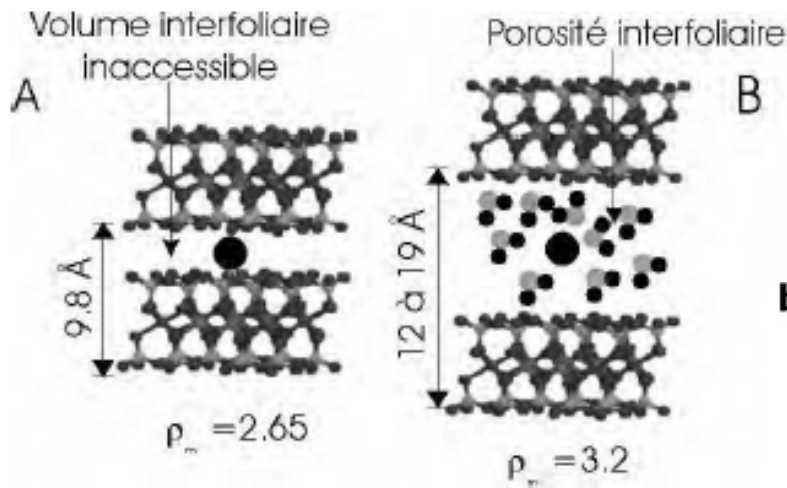
Cellule de maintien pour éviter le gonflement

Méthyl MéthAcrylate (MMA) = plexiglas<sup>®</sup>  
Molécule marquée <sup>14</sup>C-MMA

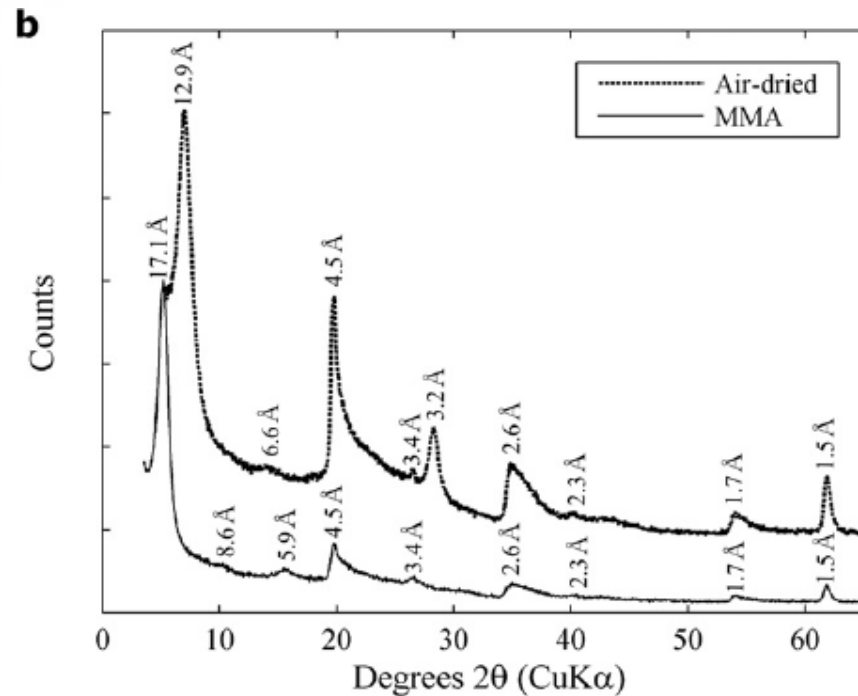
Polymérisation après plusieurs mois d'imprégnation  
par rayonnement Gamma, UV sans initiateur  
Polymérisation thermique avec initiateur radicalaire



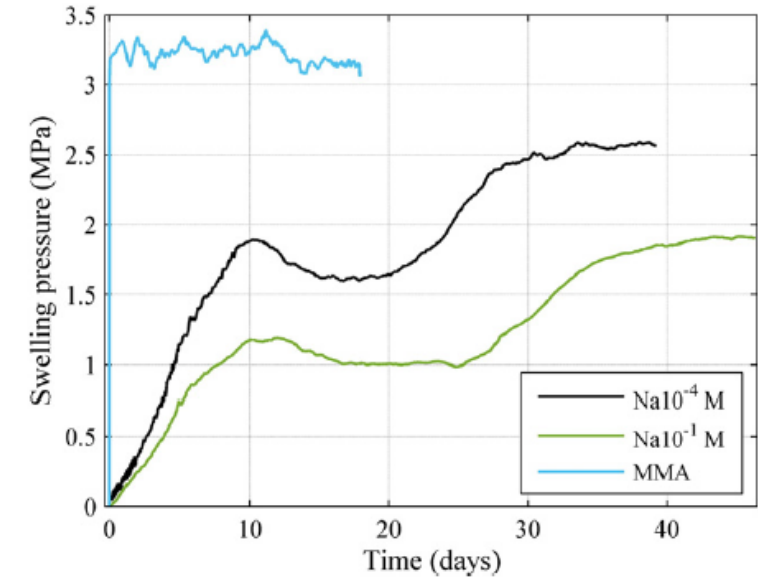
## Imprégnation – choix du monomère



**Imprégnation des micropores et espaces inter-lamellaires (< nm)**



**Après polymérisation état comparable à un état hydraté à l'eau**



Massat et al., 2016

## Imprégnation – $^{14}\text{C}$ PMMA

Autoradiographie :

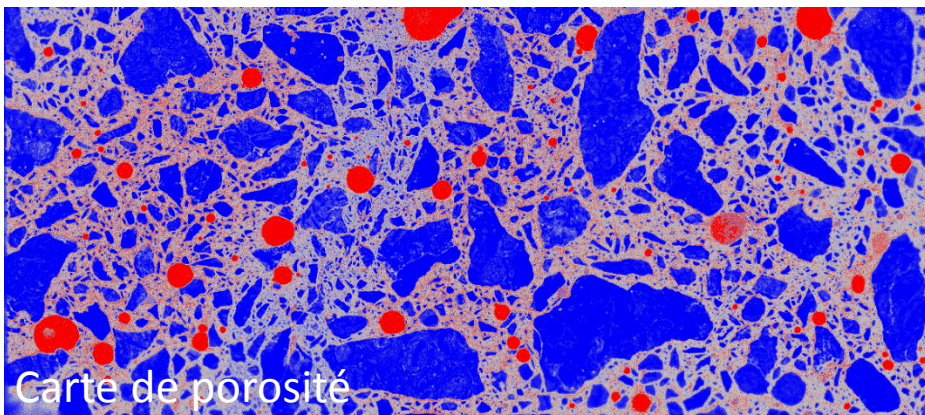
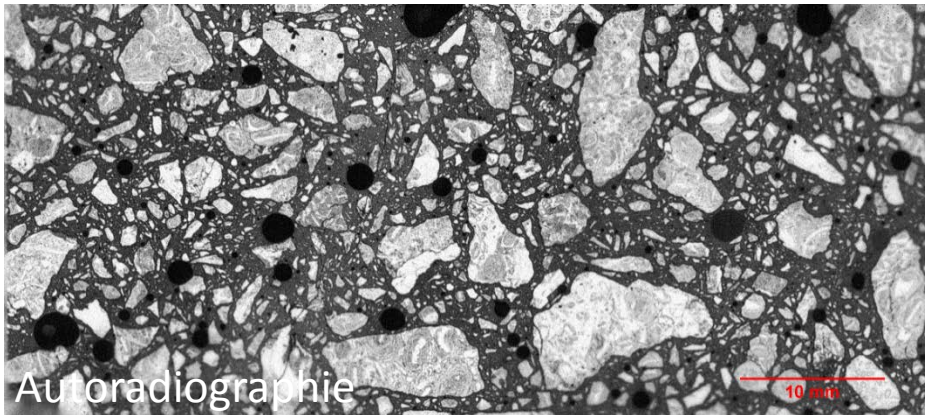
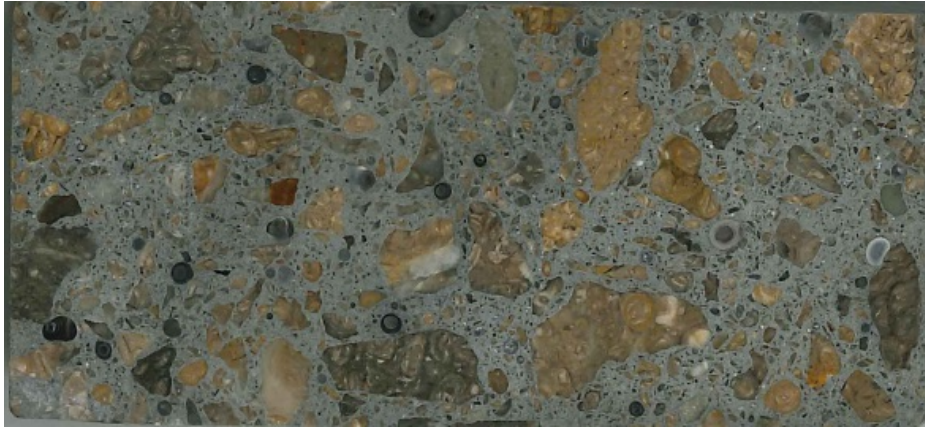
Cartographie 2D de la porosité **totale** connectée d'un échantillon (porosité micropore et inter-lamellaire < nm)

$$\text{Porosité} = f(\text{Activité}) = f[^{14}\text{C}]$$

En corrélation avec des mosaïques d'images BsE et carte minéralogique

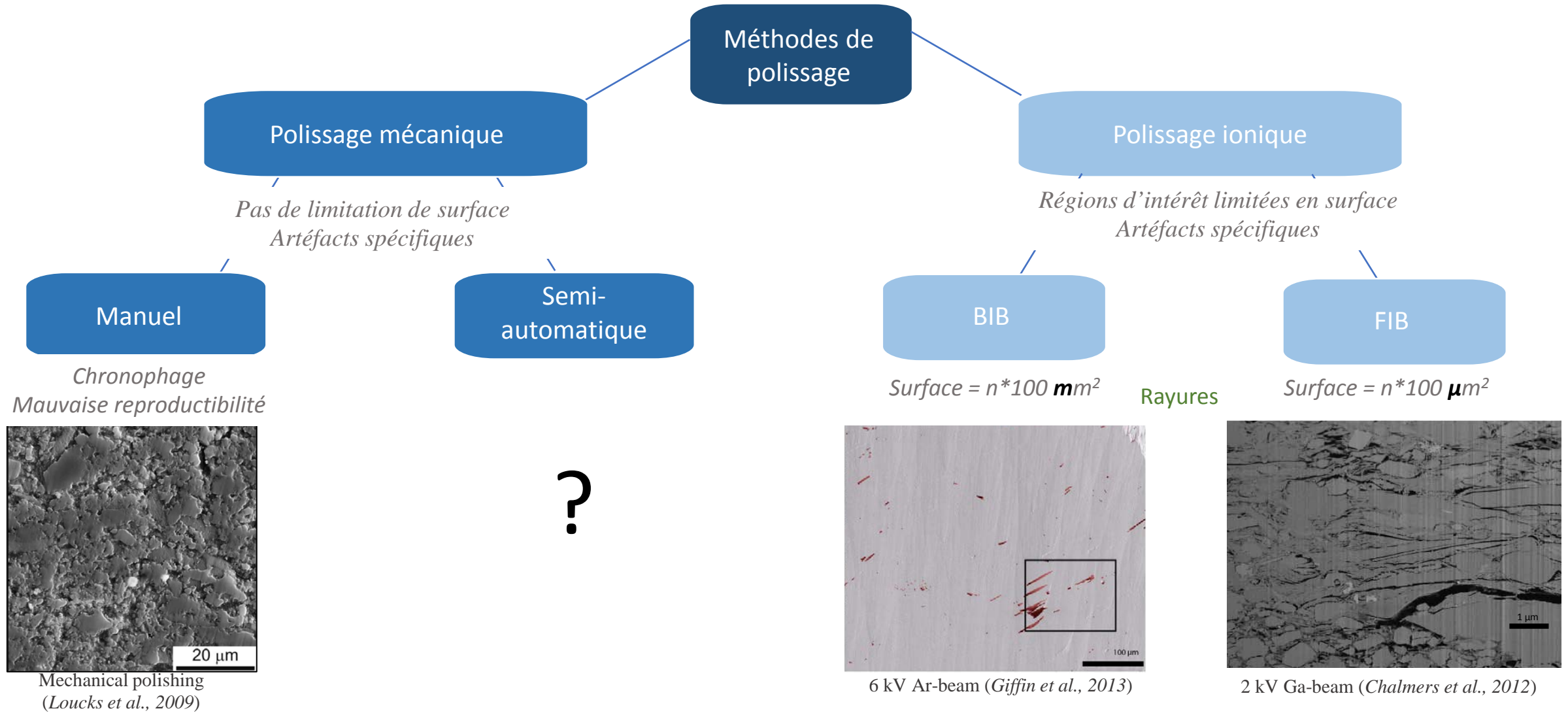


Nécessité d'avoir des échantillons  
parfaitement plan sans rugosité  
Sur des surfaces  
pluricentimétriques



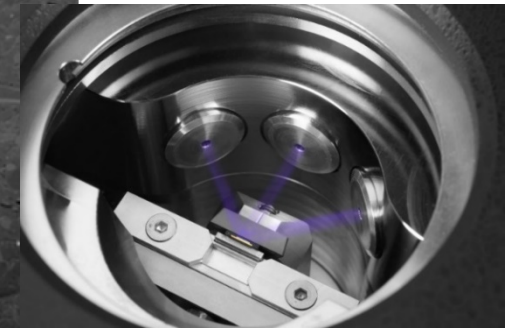
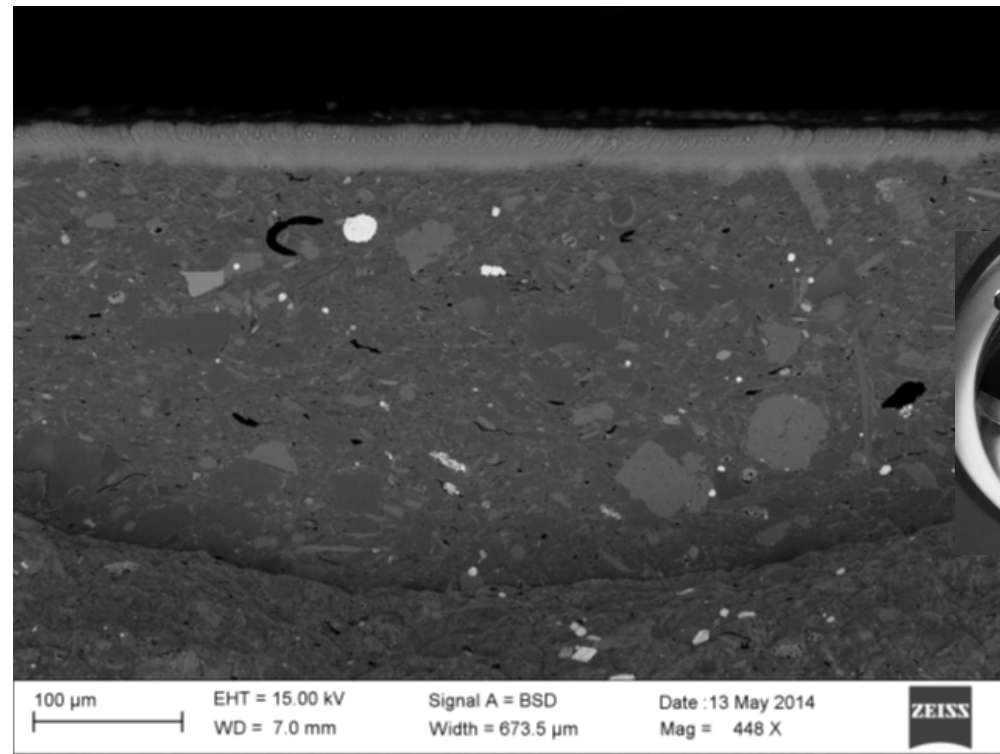
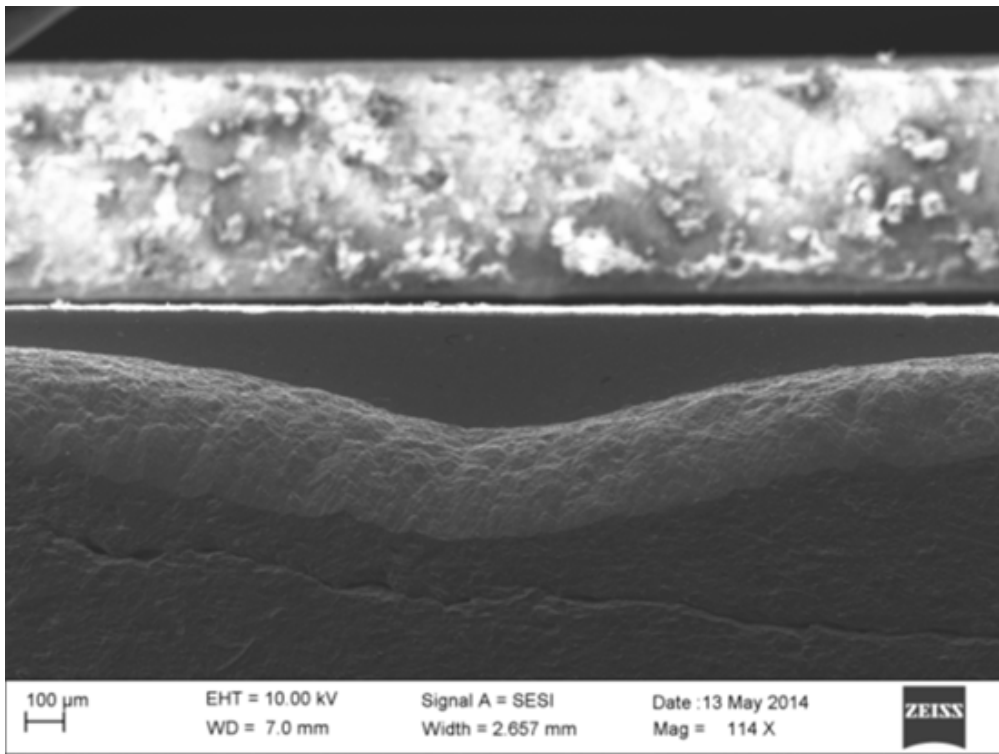
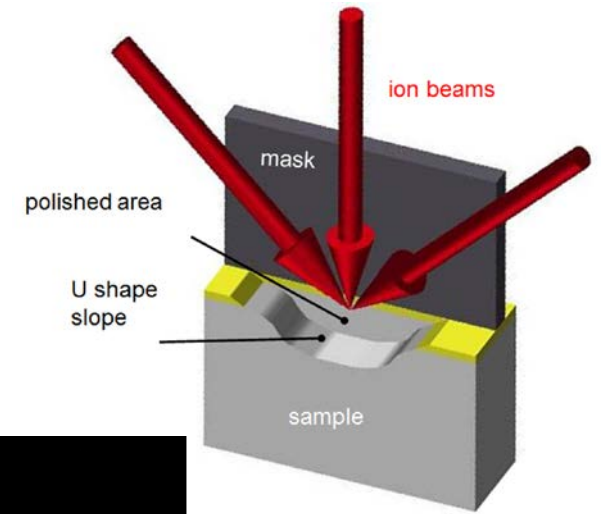
# Le polissage (travaux de thèse de N. Matskova, 2018)

L'objectif est ici de valider une méthode de préparation de surface reproductible en limitant les artéfacts



Le polissage ionique (BIB) à froid -25°

Il consiste à obtenir une surface plane exempt de rayures par pulvérisation à l'aide de faisceaux d'ions Ar+ non focalisés. Ces équipements appelés BIB (broad Ion Beam) possèdent un, deux ou trois faisceaux.

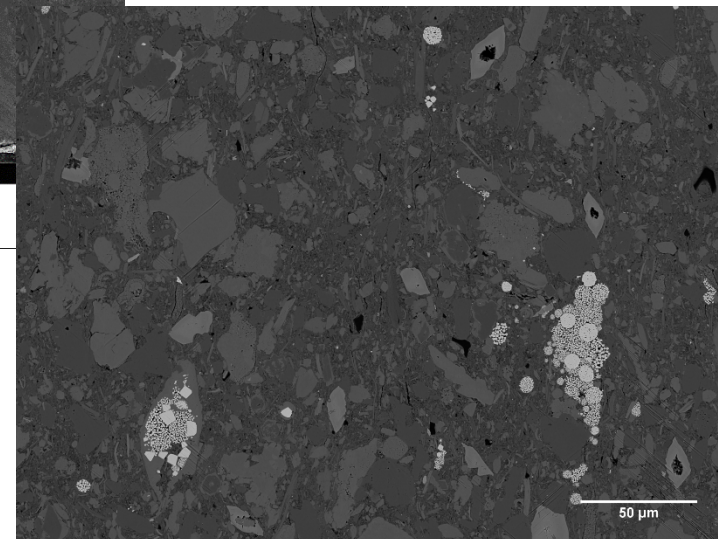
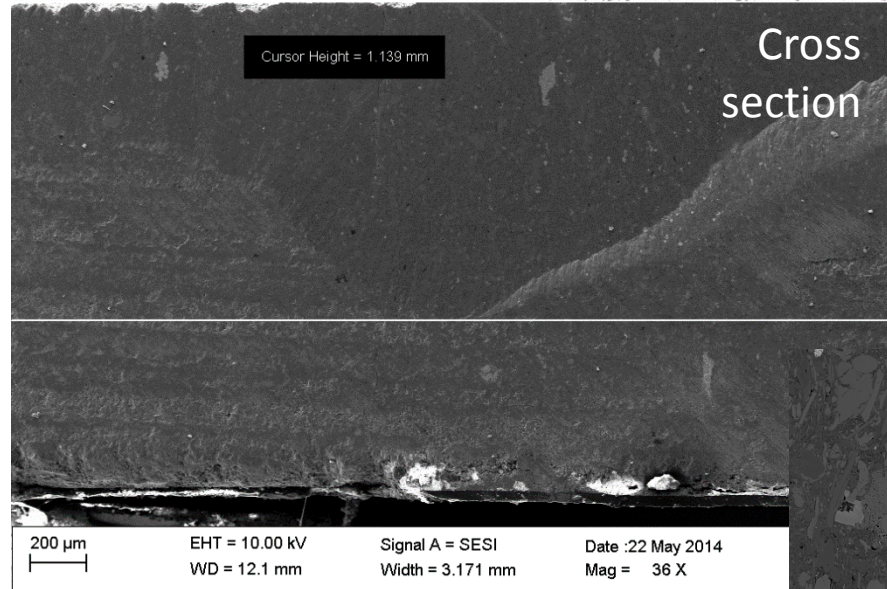


Polissage ionique d'une argilite en cross-section à l'aide d'un masque : obtention d'une marche en forme de U

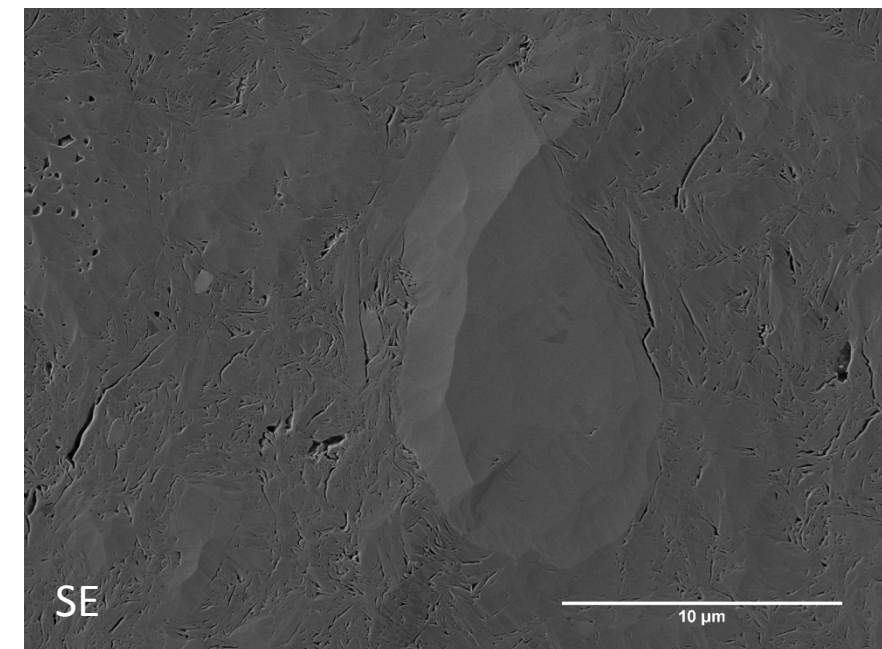
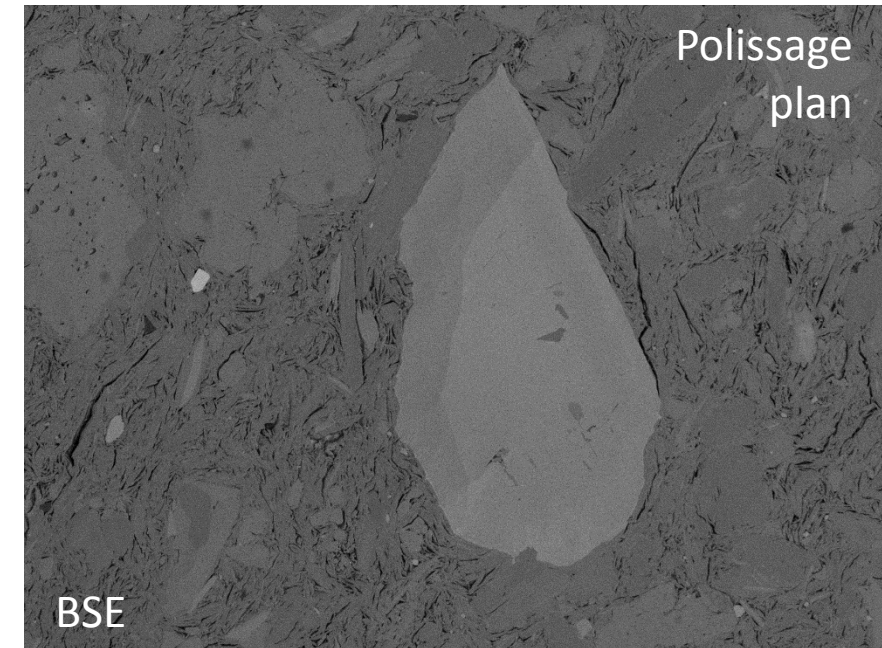
## Le polissage ionique (BIB) à froid -25°

Possibilité de réaliser

- des cross-sections (perpendiculaire avec masque)
- Polissage plan



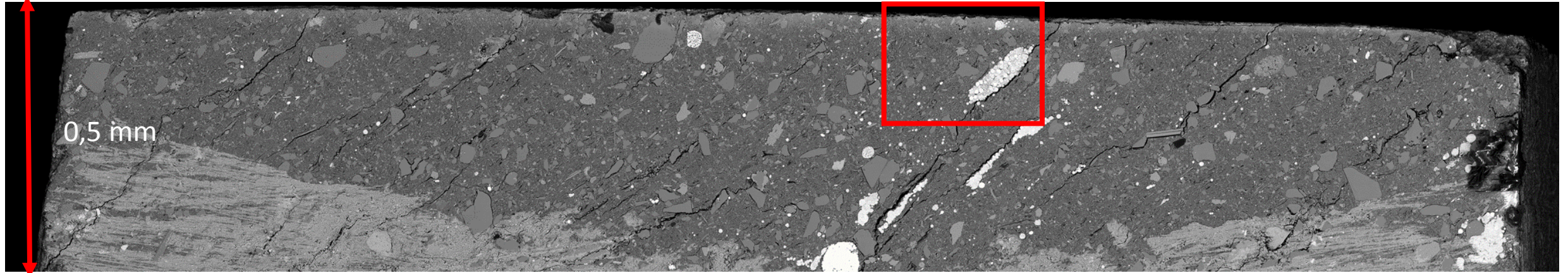
**Polissage ionique d'une argilite en cross-section à l'aide d'un masque : obtention d'une marche en forme de V**



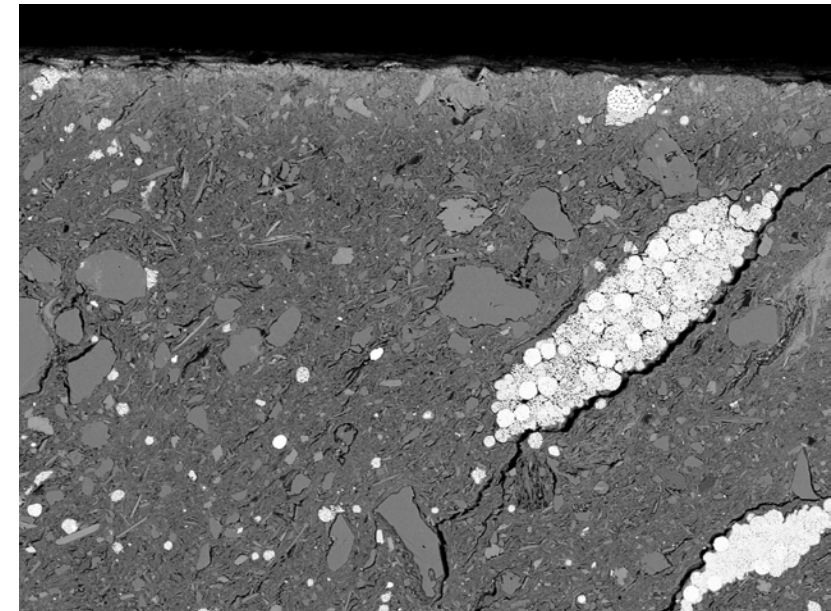
Le polissage ionique (BIB) à froid -25°

2 mm

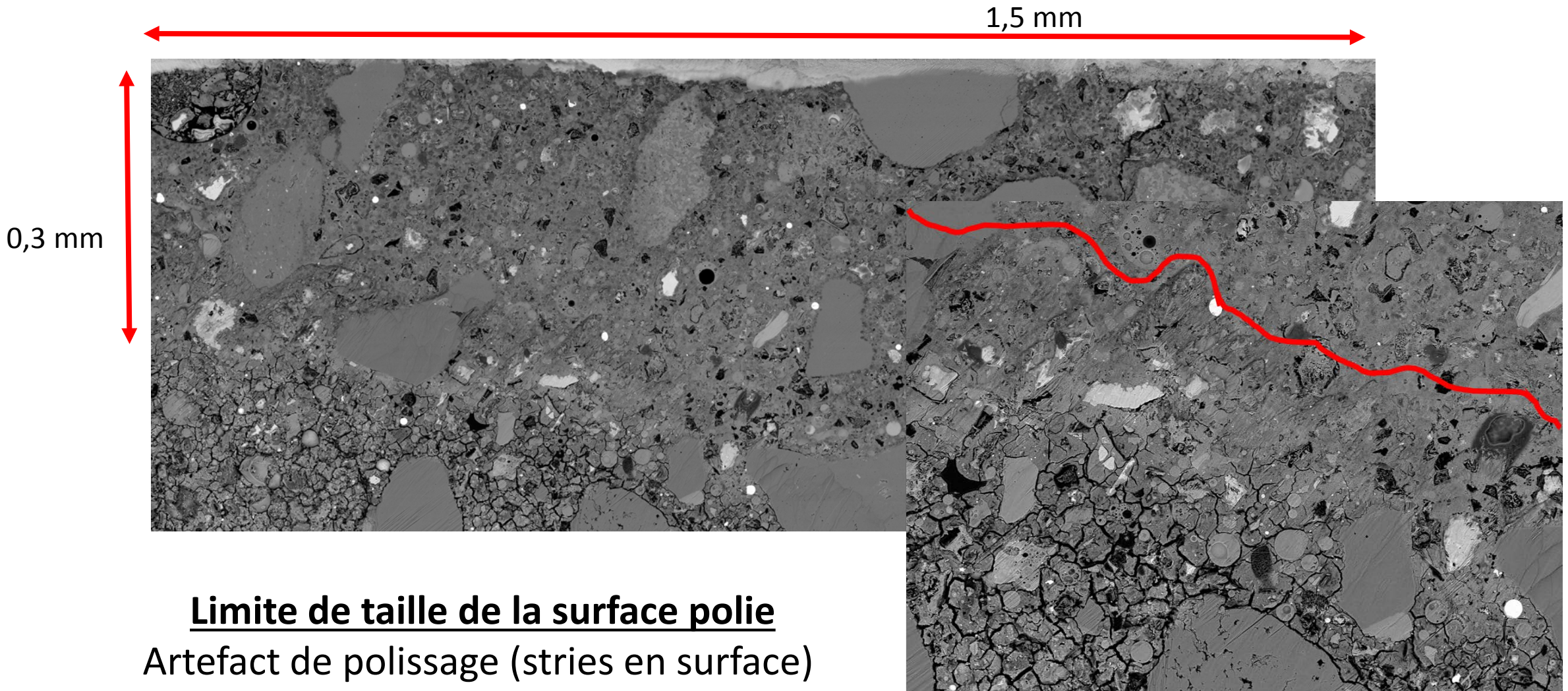
0,5 mm



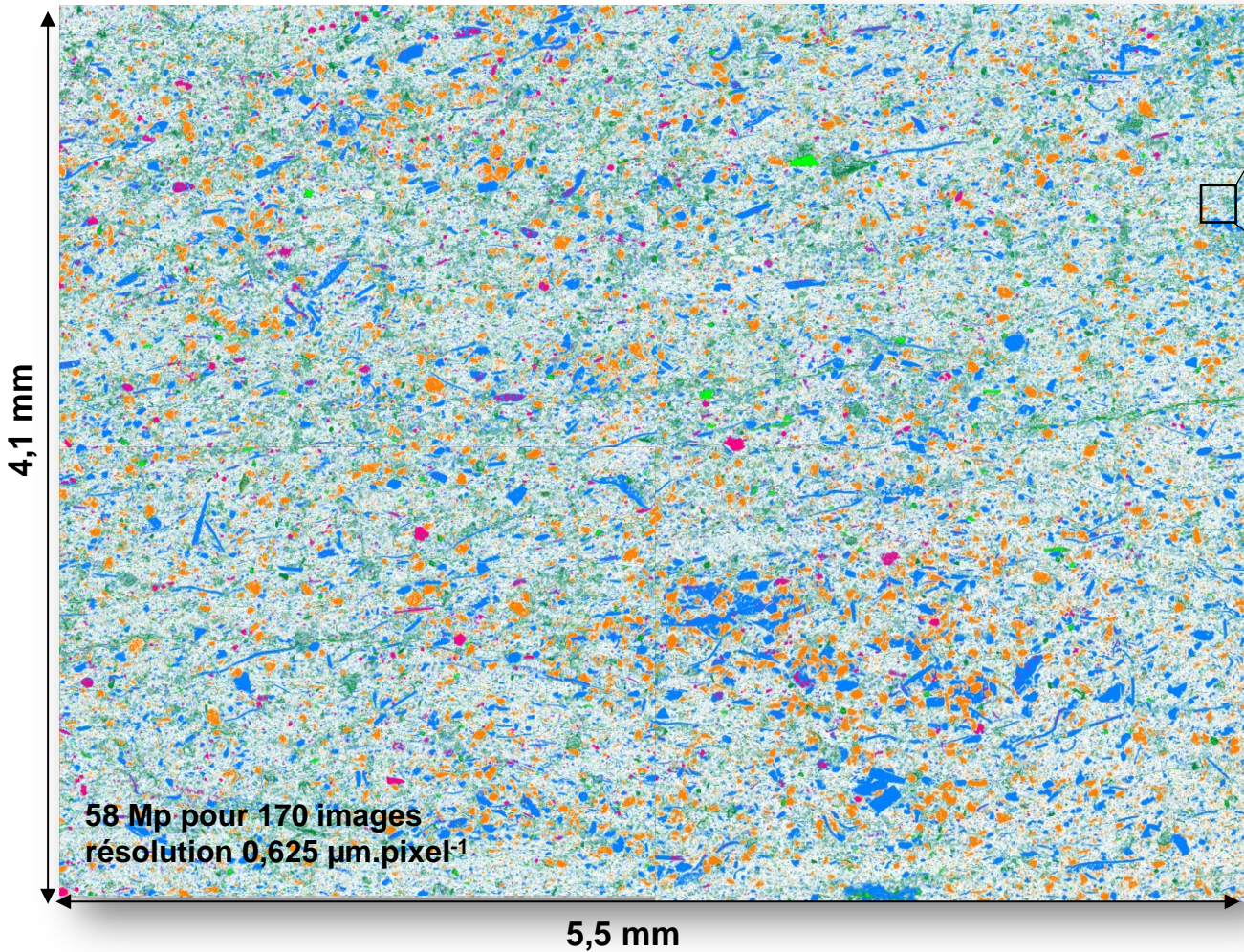
**Limite de taille de la surface polie**  
Artefact de polissage (stries en surface)



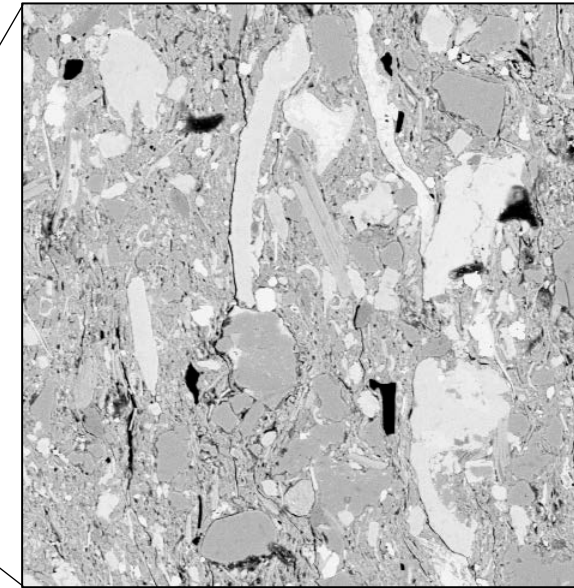
Le polissage ionique (BIB) à froid -25°



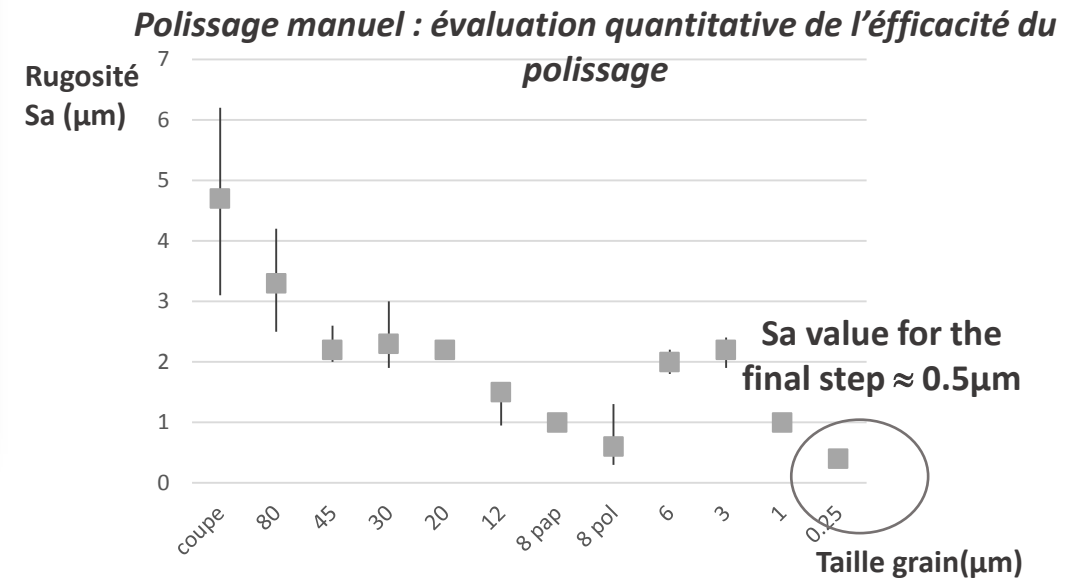
## Le polissage mécanique manuel



Temps de preparation élevé, aucune reproductibilité



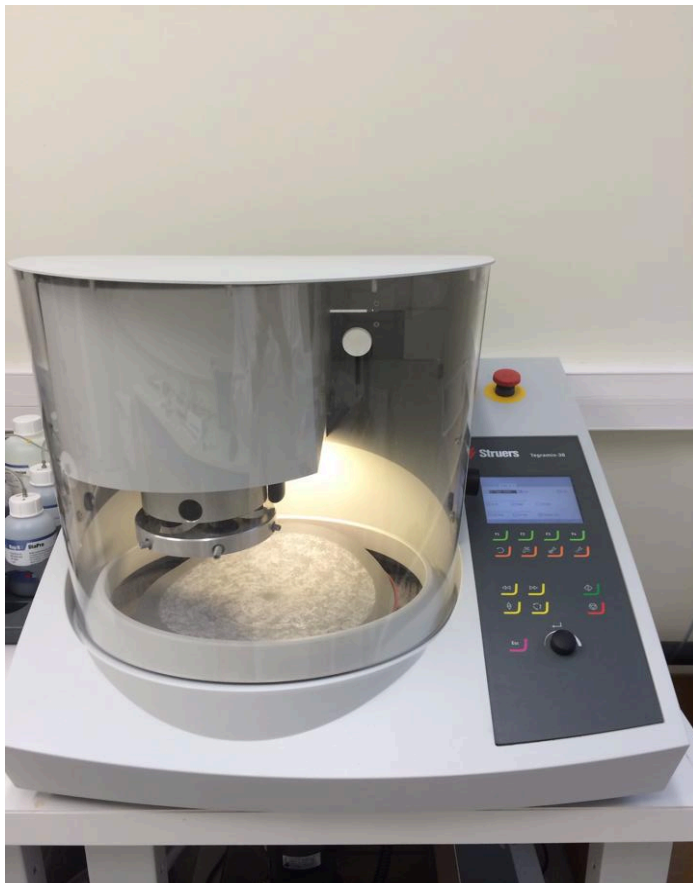
Polissage manuel efficace sans imprégnation sur surface cm-dm (A-L., Fauchille, 2015)  
Mosaïque minéralogique et BSE



## MÉTHODOLOGIE

### Le polissage mécanique semi-auto

#### Polishing set Tegramin-30, *Struers*



#### *Objectif*

1. Mettre au point une procédure **reproductible** pour la préparation de surface
2. Obtenir une **surface centimétrique** avec une bonne qualité de polissage



#### *Carte minéralogique sur grande surface*

#### *Méthode de contrôle*

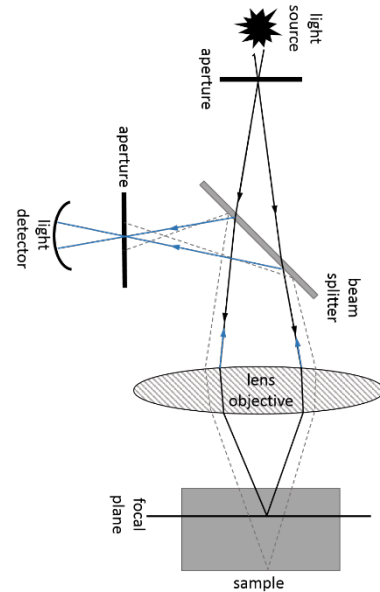
1. Microscope confocal
2. MEB (SE et BSE)
3. Paramètres quantitatifs pour estimer l'efficacité du polissage

Exemple sur Argilite du Callovo-oxfordien (COx)

## Le polissage mécanique semi-autom

## MÉTHODOLOGIE DE CONTRÔLE

Microscope confocal Leica DCM8  
630 nm), (530 nm), (460 nm) et  
blanc.



### Spécification générale du microscope "Leica DCM8" en mode confocal

Objective	1.25x	2.5x	5x	10x	20x	50x	100x	150x
Magnification	1.25x	2.5x	5x	10x	20x	50x	100x	150x
Numerical Aperture	0.04	0.07	0.15	0.3	0.5	0.9	0.95	0.95
Field of View (FOV) ( $\mu\text{m}$ )	14032 x 10560	7016 x 5280	3508 x 2640	1754 x 1320	877 x 660	351 x 264	175 x 132	117 x 88
Optical Resolution (x/y; $\mu\text{m}$ )	3.5	2.0	0.94	0.47	0.28	0.16	0.14	0.14
Vertical Resolution (z; nm)	< 3000	< 350	< 150	< 30	< 15	< 5	< 2	< 2

Pour les mesure, 2 grossissements on été utilisés x20 and x100

Réalisation de carte de topographie (Z) en 2D – fonction du plan focal

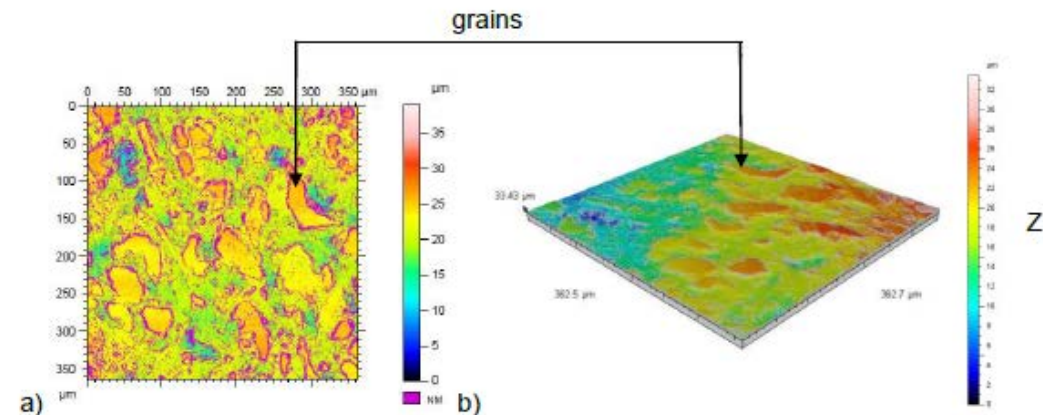
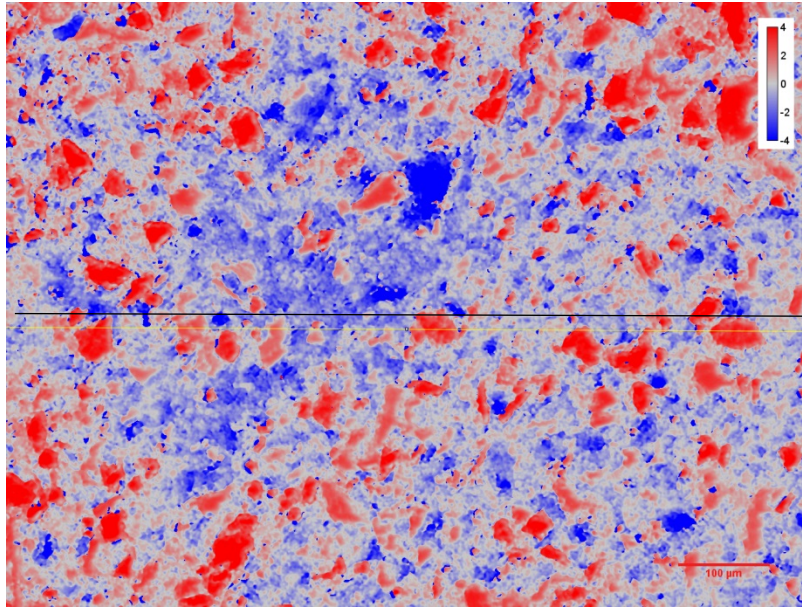


Figure 2 - 21 : a) exemple d'une carte de relief en 2D sur un échantillon d'argilite et b) carte de relief en 3D correspondante.

*z mapping by confocal microscopy :*

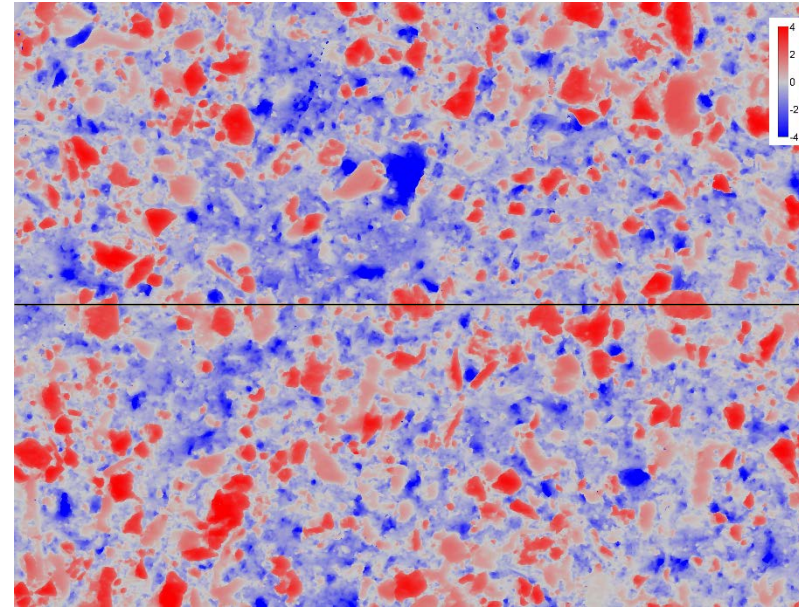
Cox (x20)



Z resolution <15nm

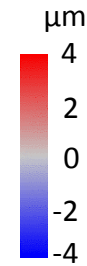
Pixel size =0,28 µm **Sa=3.79µm**

Cox x100



Z resolution <2nm

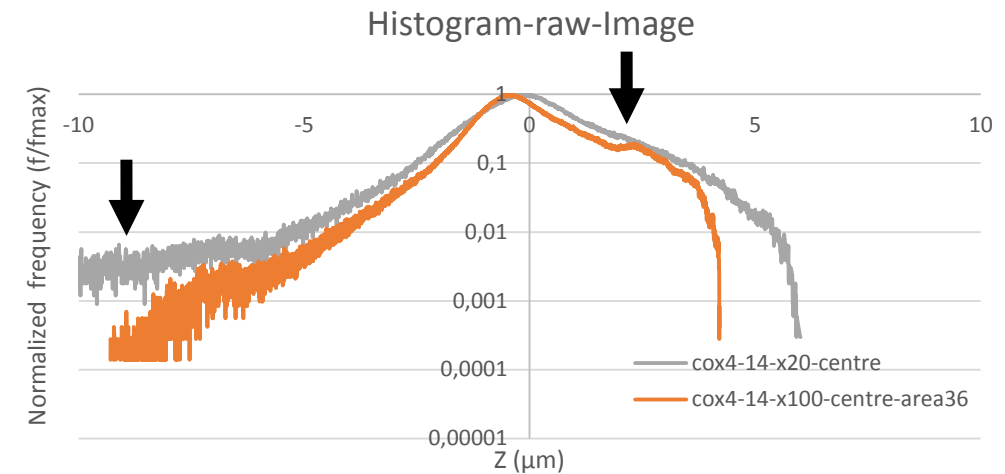
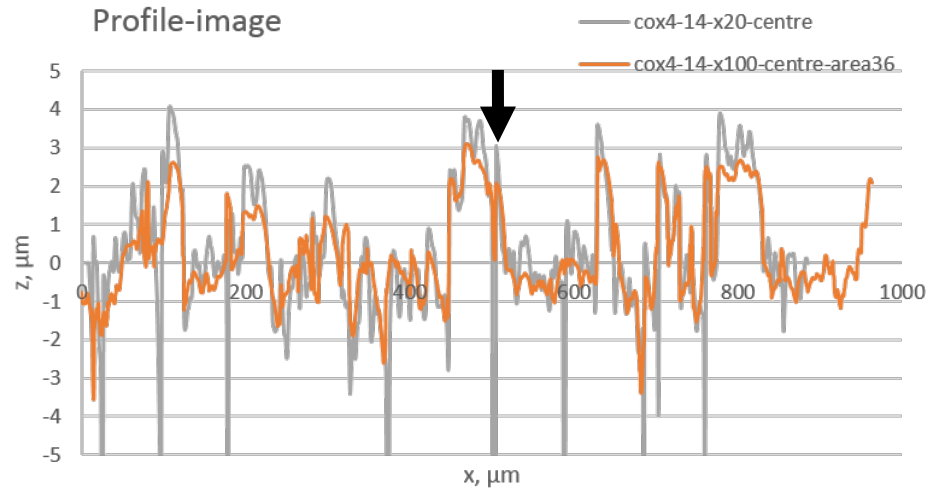
Pixel size =0,14 µm **Sa=1.72µm**



Calcul de rugosité moyen

$$S_a = \frac{1}{n} \sum_{i=0}^n |z_i - z_{ar.mean}|$$

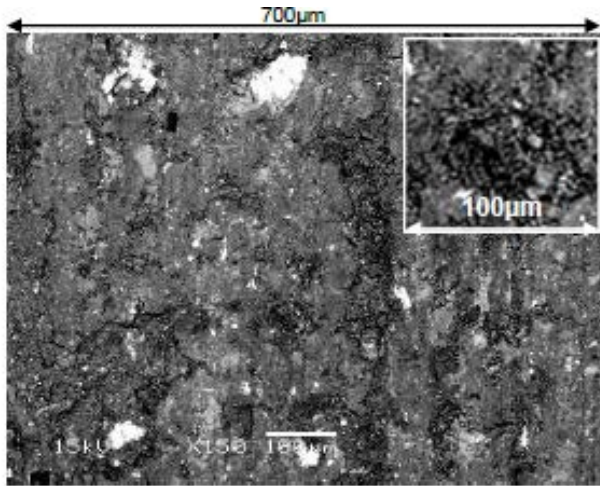
Résolution fonction du grossissement



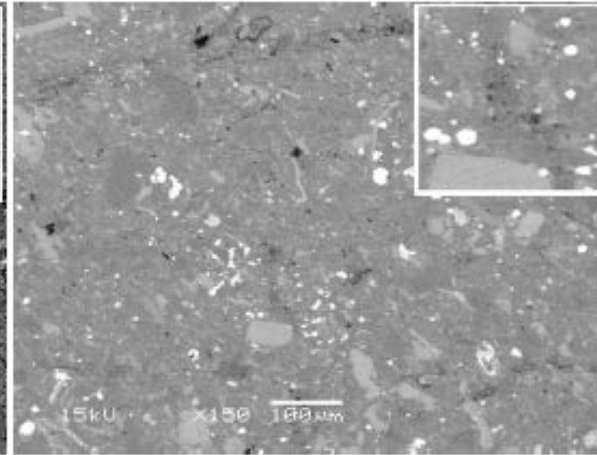
## Le polissage mécanique semi-auto

## MÉTHODOLOGIE DE CONTRÔLE

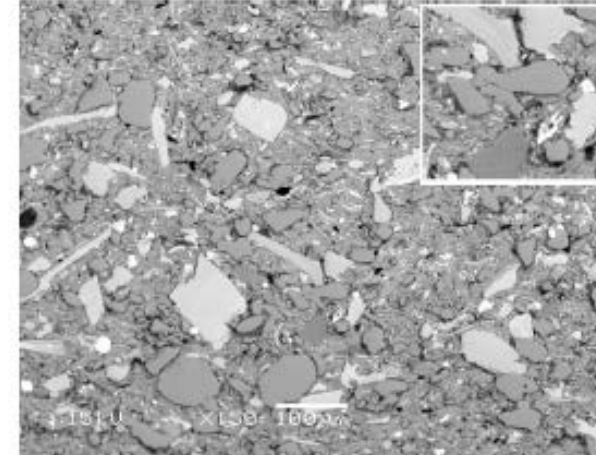
travaux de thèse de A.L. Fauchille, 2015



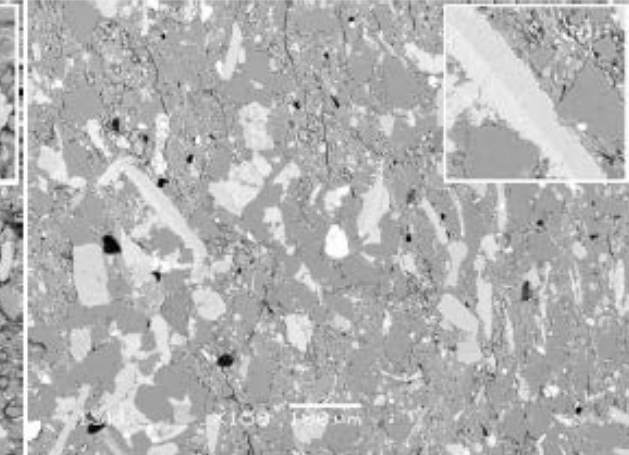
a) Coupe



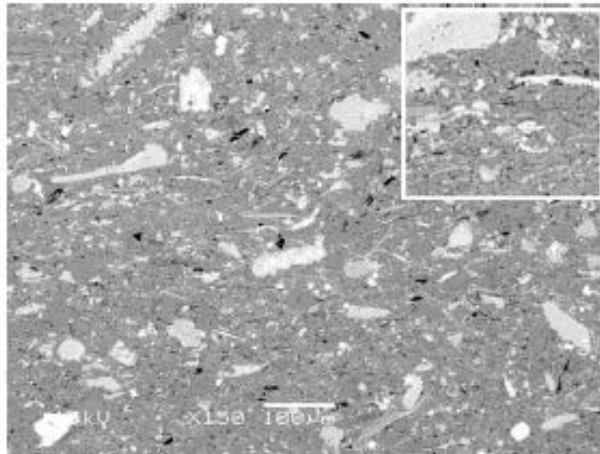
b) Polissage 8 µm-polygones



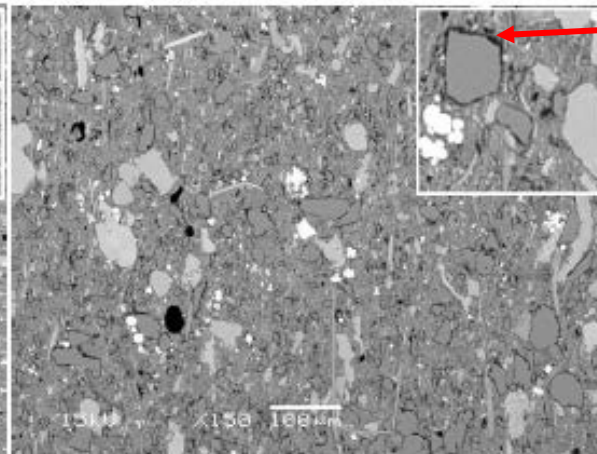
e) Polissage 1 µm



f) Polissage 0,25 µm



c) Polissage 6 µm



d) Polissage 3 µm

Ombrage autour des grains de quartz (artefact de topographie)

Contrôle qualitatif  
Artefact d'ombrage autour des grains détritiques (quartz)  
Qualité du polissage

## Le polissage mécanique semi-auto

<i>Step</i>		1	2	3	4	5
<i>Disc type</i>		SIC Foil #120	SIC Foil #1200	MD-Largo	MD-Dac	MD-Nap
<i>Rotation, rpm</i>	<i>disc</i>	300	300	150	150	150
	<i>holder</i>	150	150	150	150	150
<i>Force, N</i>		150	150	150	150	130
<i>Abrasive type</i>		No	No	Suspension A, 9 µm	Suspension A, 6 and 3 µm	Suspension A, 1 and 1/4 µm
<i>Lubricant type</i>		No	No	Yellow	Yellow	Yellow
<i>Sens</i>		CS	CS	CS	CS	CS
<i>Time, min</i>		dressage	2:00	8:00	5:00	1:00

### Protocole commerciaux

Deux étapes:

- 1- disque carbure de silicium polissage « grossier » (à sec ou lubrifiant)
- 2- polissage fin drap tissé + lubrifiant + suspension diamantée

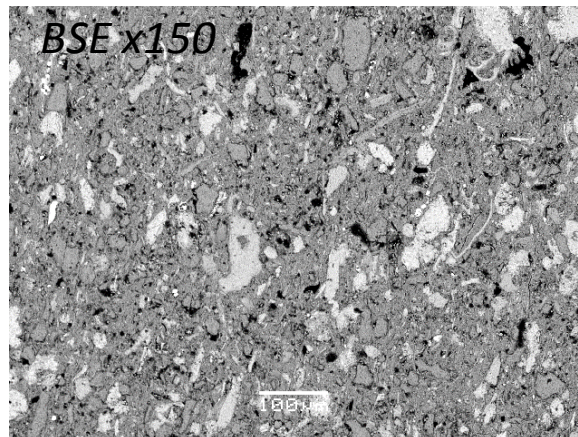
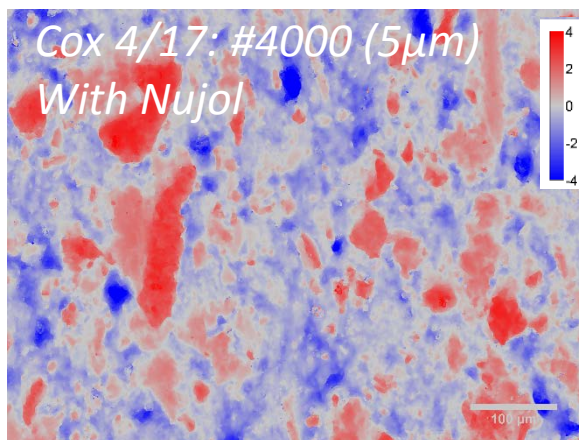
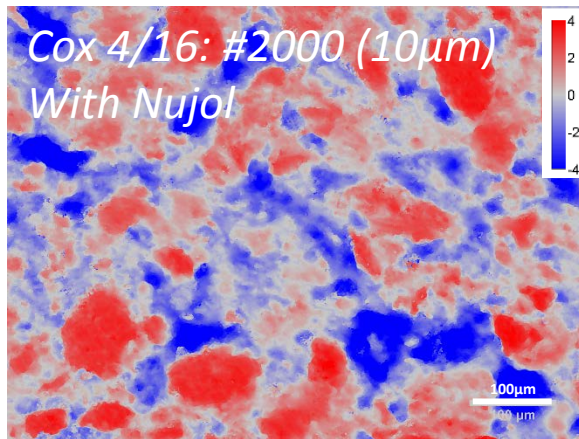
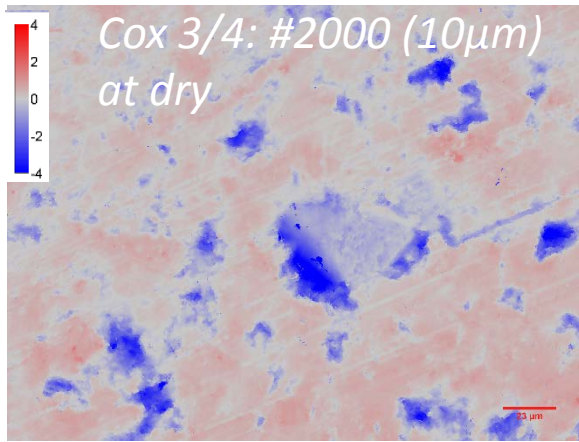
Plusieurs paramètres à tester :

La vitesse de rotation, la force appliquée sur l'échantillon, les abrasifs, le sens de rotation et le temps

Trouver les paramètres pour automatiser une procédure  
 Méthode robuste et adaptée aux matériaux  
 Répétabilité des polissages et qualité

## 1<sup>ère</sup> étape de polissage « grossier » avec ou sans lubrifiant

The application of oil as lubricant allowed to significantly improve the result of pre-polishing step, by also extending it down to 5µm.

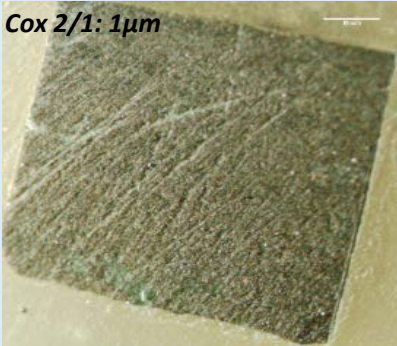
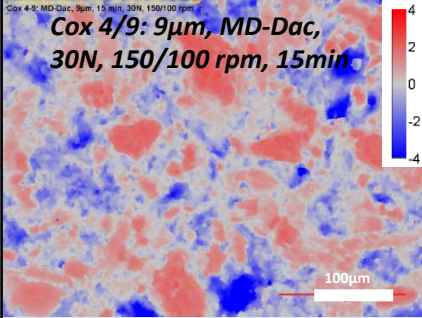
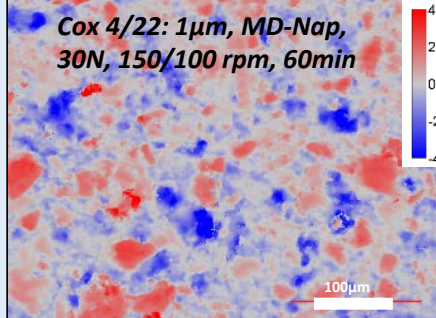
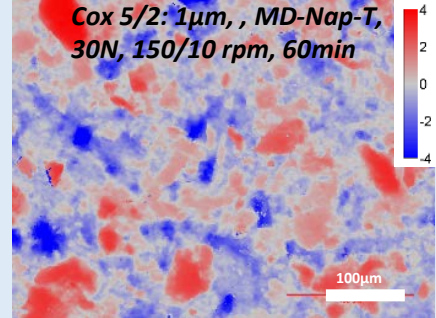
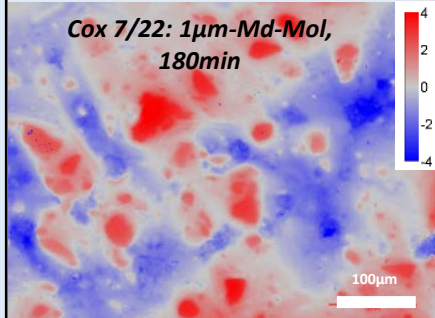


<b>Discs SicFoil</b>	<i>Was proved to be efficient for 1st step</i>	Used range: #80-#4000	Applied range: #220-#4000 (with lubricant, at #2000 without)
Lubricants			
Non	Polishing in dry conditions leads to the high probability of sample heating, at long time or high speed of rotation, and damaging of the surface. Cant be used for discs with grain size smaller 10µm.		
Yellow	Alchoohol based	Deacrising the life time of SicFoil discs, viscosity close to water	
<b>Nujol</b>	Mineral oil	Has high viscosity to stay on the surface of the disc, low evaporation rate – provides the most efficient result	Allow to use discs with grain size down to 5µm (#4000, FEPA #93)

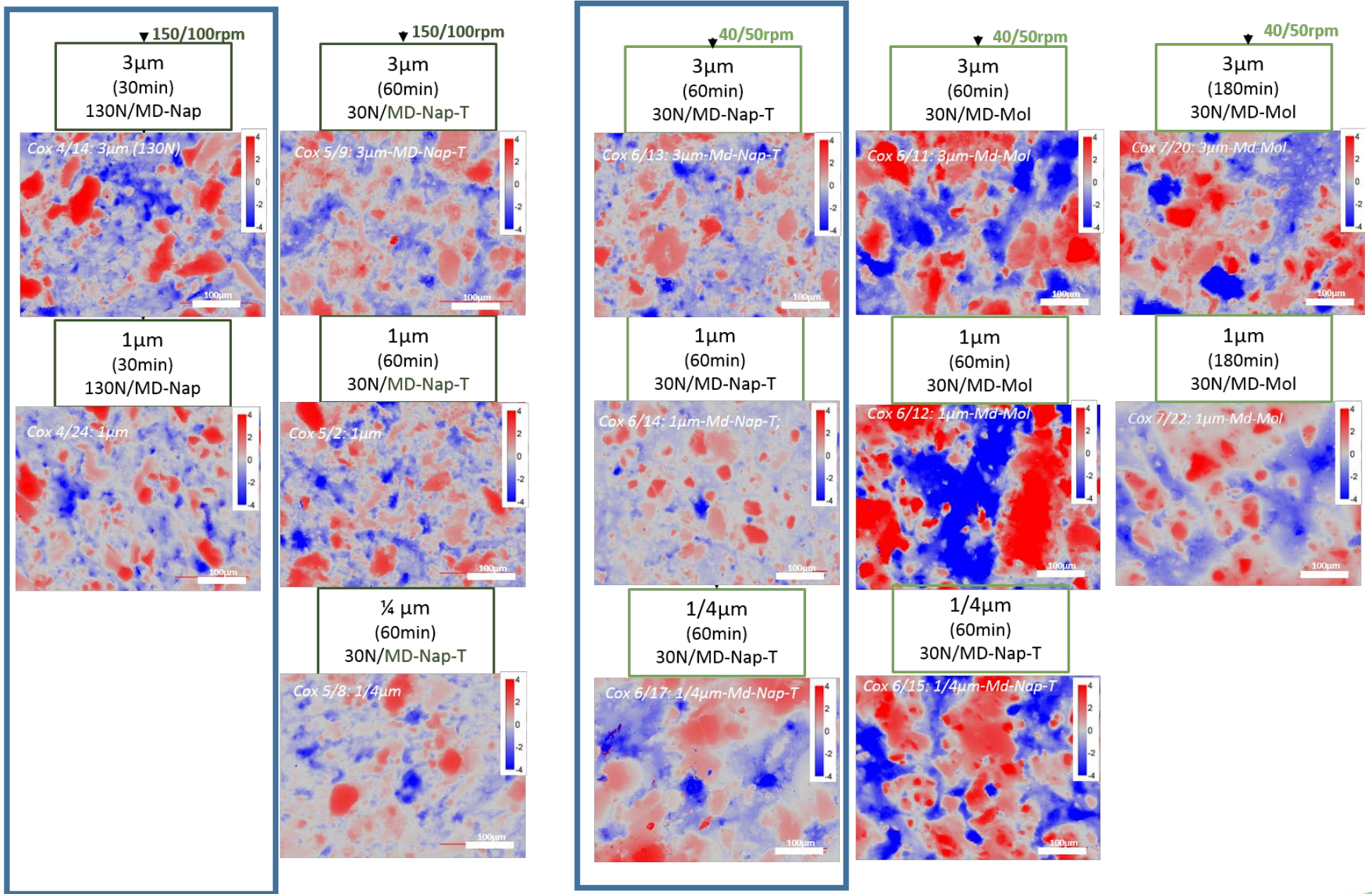
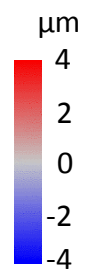
Standard FEPA #93

Sic-paper #	60	80	120	180	220	320	500	800	1200	2000	4000
grain size, µm	260	200	125	76	68	46	30	22	14	10	5

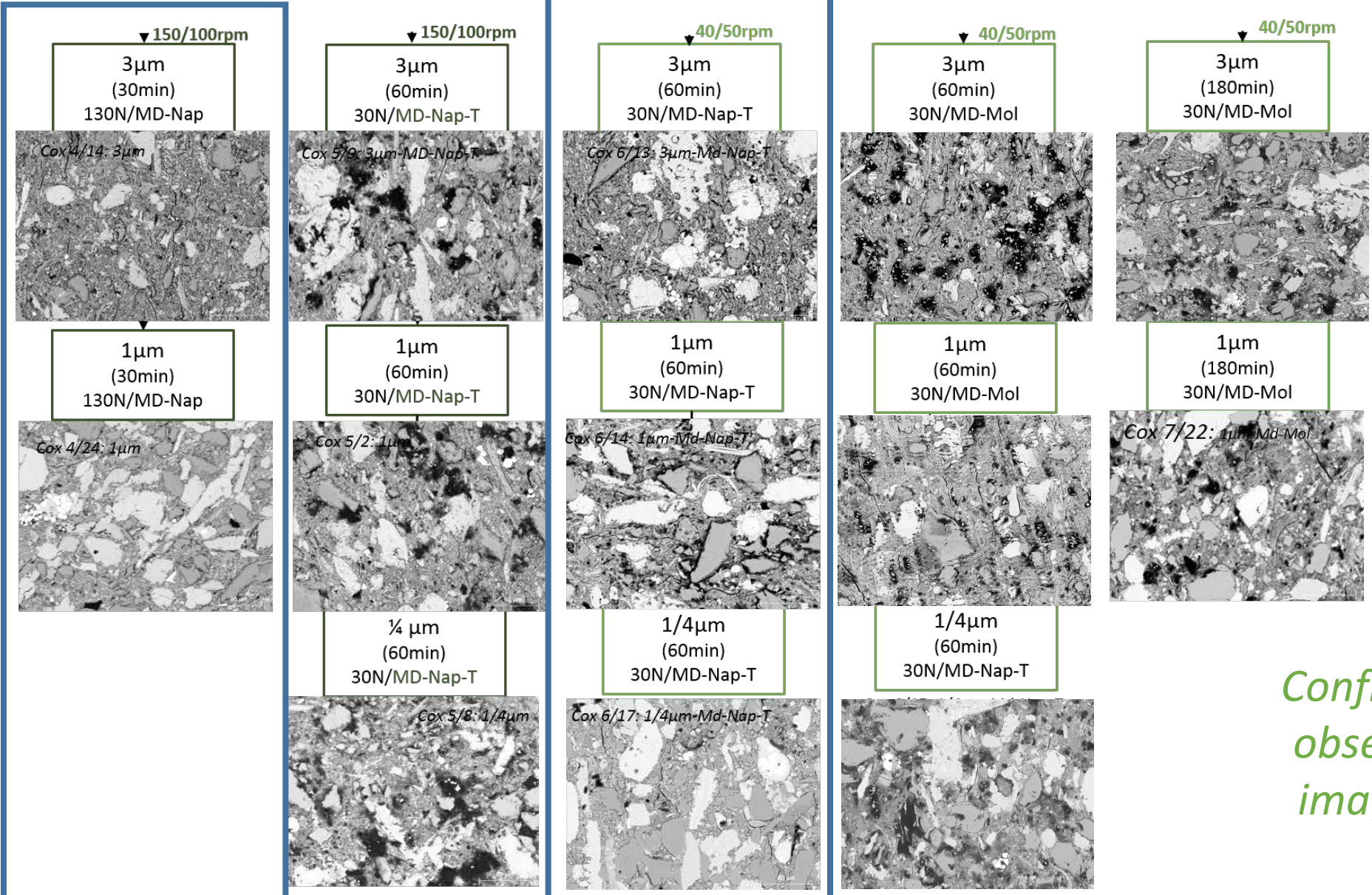
2<sup>nd</sup> étape de polissage : différents lubrifiants et draps tissés de polissage testés

<i>Disc*</i>	<i>Md-Largo</i>	<i>Md-Dac</i>	<i>MD-Nap (no more available !!!)</i>	<i>MD-Nap-T (new)</i>	<i>MD-Mol</i>
<b>Application areas</b>	Soft materials, composites with soft matrix	Polishing of all materials	Final polishing of all materials	Final polishing of all materials	Polishing of ferrous and non-ferrous materials and polymers
<b>Resilience</b>	--	Medium	Very high	Very high	High
<b>Hardness range</b>	Very hard	Hard	Very Soft	Very Soft	Soft
<b>Abrasive (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	9-3	6-3	<1	<1	<3
<b>Abrasive (<math>\mu\text{m}</math>) applied</b>	9	9-3	3- $\frac{1}{4}$	3- $\frac{1}{4}$	3-1
<b>Results</b>	Damaging of the surface of the sample, damaging of the disc: artefacts on the surface   Cox 2/1: 1 $\mu\text{m}$	Efficient only in 9-6 range   Cox 4/9: 9 $\mu\text{m}$ , MD-Dac, 30N, 150/100 rpm, 15min	Shows <b>good efficiency and stability</b> with 3-1 $\mu\text{m}$ suspensions   Cox 4/22: 1 $\mu\text{m}$ , MD-Nap, 30N, 150/100 rpm, 60min	Does not provide repetitive results and <b>not stable</b> . Can not be manifested the same as MD-Nap   Cox 5/2: 1 $\mu\text{m}$ , MD-Nap-T, 30N, 150/10 rpm, 60min	Shows <b>good stability</b> , efficient only with <b>long time polishing</b> due to specific texture of the surface   Cox 7/22: 1 $\mu\text{m}$ -Md-Mol, 180min  At magnification x100: area 3x3

2<sup>nd</sup> étape de polissage : force, vitesse de rotation  
Suspensions diamantées



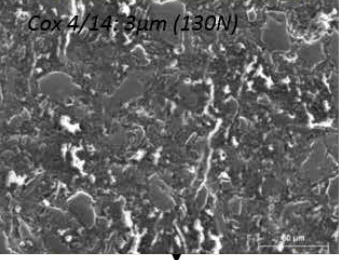
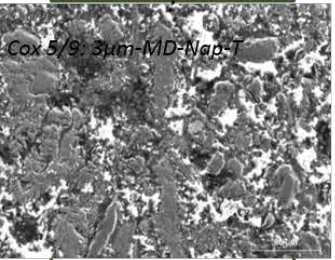

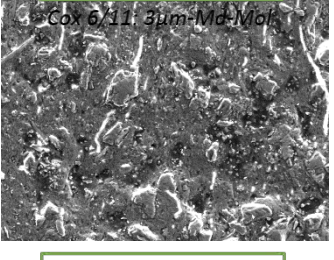
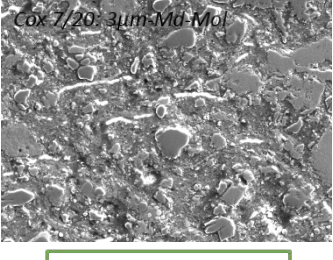
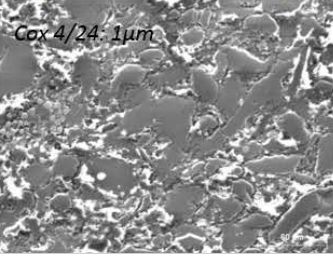
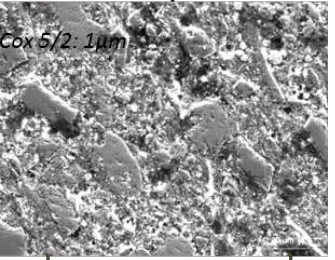

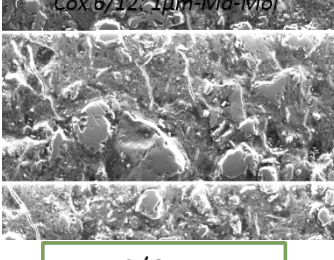

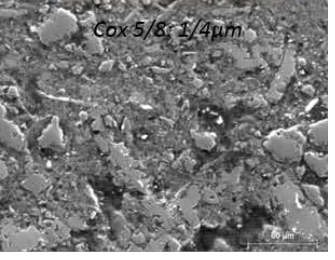
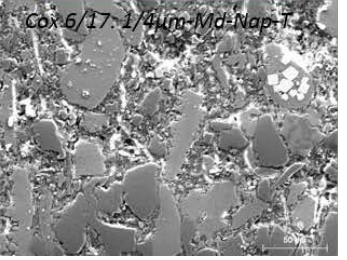
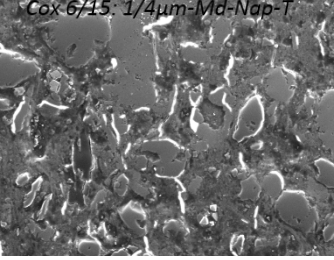
SEM (BSE x450: 294x221  $\mu\text{m}^2$ , 15kV)



Lot of grain removal

Confirmation des observations en imagerie MEB - BSE

SEM (SE x450: 294x221  $\mu\text{m}^2$ , 15kV)

<p>▼ 150/100rpm</p> <p>3 <math>\mu\text{m}</math> (30min) 130N/MD-Nap</p>  <p>Cox 4/14: 3 <math>\mu\text{m}</math> (130N)</p>	<p>▼ 150/100rpm</p> <p>3 <math>\mu\text{m}</math> (60min) 30N/MD-Nap-T</p>  <p>Cox 5/9: 3 <math>\mu\text{m}</math>-MD-Nap-T</p>	<p>▼ 40/50rpm</p> <p>3 <math>\mu\text{m}</math> (60min) 30N/MD-Nap-T</p>  <p>Cox 6/13: 3 <math>\mu\text{m}</math>-MD-Nap-T</p>	<p>▼ 40/50rpm</p> <p>3 <math>\mu\text{m}</math> (60min) 30N/MD-Mol</p>  <p>Cox 6/11: 3 <math>\mu\text{m}</math>-Md-Mol</p>	<p>▼ 40/50rpm</p> <p>3 <math>\mu\text{m}</math> (180min) 30N/MD-Mol</p>  <p>Cox 7/20: 3 <math>\mu\text{m}</math>-Md-Mol</p>
<p>1 <math>\mu\text{m}</math> (30min) 130N/MD-Nap</p>  <p>Cox 4/24: 1 <math>\mu\text{m}</math></p>	<p>1 <math>\mu\text{m}</math> (60min) 30N/MD-Nap-T</p>  <p>Cox 5/2: 1 <math>\mu\text{m}</math></p>	<p>1 <math>\mu\text{m}</math> (60min) 30N/MD-Nap-T</p>  <p>Cox 6/14: 1 <math>\mu\text{m}</math>-Md-Nap-T</p>	<p>1 <math>\mu\text{m}</math> (60min) 30N/MD-Mol</p>  <p>Cox 6/12: 1 <math>\mu\text{m}</math>-Md-Mol</p>	<p>1 <math>\mu\text{m}</math> (180min) 30N/MD-Mol</p>  <p>Cox 7/22: 1 <math>\mu\text{m}</math>-Md-Mol</p>
	<p>¼ <math>\mu\text{m}</math> (60min) 30N/MD-Nap-T</p>  <p>Cox 5/8: ¼ <math>\mu\text{m}</math></p>	<p>¼ <math>\mu\text{m}</math> (60min) 30N/MD-Nap-T</p>  <p>Cox 6/17: ¼ <math>\mu\text{m}</math>-Md-Nap-T</p>	<p>¼ <math>\mu\text{m}</math> (60min) 30N/MD-Nap-T</p>  <p>Cox 6/15: ¼ <math>\mu\text{m}</math>-Md-Nap-T</p>	

Confirmation des observations en imagerie MEB - SE

## Influence du temps de polissage

## Short time protocole

Step		1	2	3	4	5	6	7	8
Disc type		SIC Foil #220	SIC Foil #500	SIC Foil #1000	SIC Foil #2000	SIC Foil #4000	MD-Nap-T	MD-Nap-T	MD-Nap-T
Rotation, rpm	disc	130	130	130	130	130	40	40	40
	holder	60	60	60	60	60	50	50	50
Force, N		30	30	30	30	30	30	30	30
Abrasive type		No	No	No	No	No	Suspension A, 3 $\mu$ m	Suspension A, 1 $\mu$ m	Suspension A, 1/4 $\mu$ m
Lubricant type		Nujol	Nujol	Nujol	Nujol	Nujol	Yellow	Yellow	Yellow
Sens		Same	Same	Same	Same	Same	Same	Same	Same
Time, min		dressage	10:00	10:00	40:00	60:00	60:00	60:00	60:00

1st step Prepolishing

2<sup>nd</sup> step Final polishing

## Long time protocole

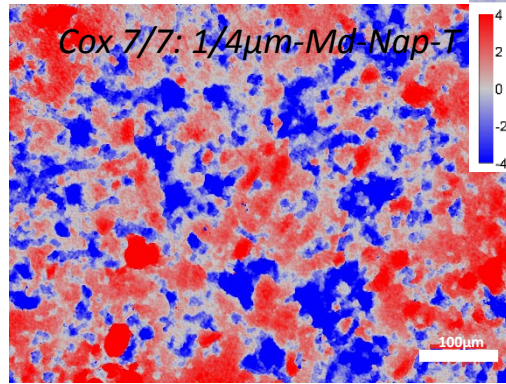
Step		1	2	3	4	5	6	7	8
Disc type		SIC Foil #220	SIC Foil #500	SIC Foil #1000	SIC Foil #2000	SIC Foil #4000	MD-Mol	MD-Mol	MD-Nap-T
Rotation, rpm	disc	130	130	130	130	130	40	40	40
	holder	60	60	60	60	60	50	50	50
Force, N		30	30	30	30	30	30	30	30
Abrasive type		No	No	No	No	No	Suspension A, 3 $\mu$ m	Suspension A, 1 $\mu$ m	Suspension A, 1/4 $\mu$ m
Lubricant type		Nujol	Nujol	Nujol	Nujol	Nujol	Yellow	Yellow	Yellow
Sens		Same	Same	Same	Same	Same	Same	Same	Same
Time, min		dressage	10:00	10:00	40:00	60:00	300:00	240:00	60:00

**Short time protocole**

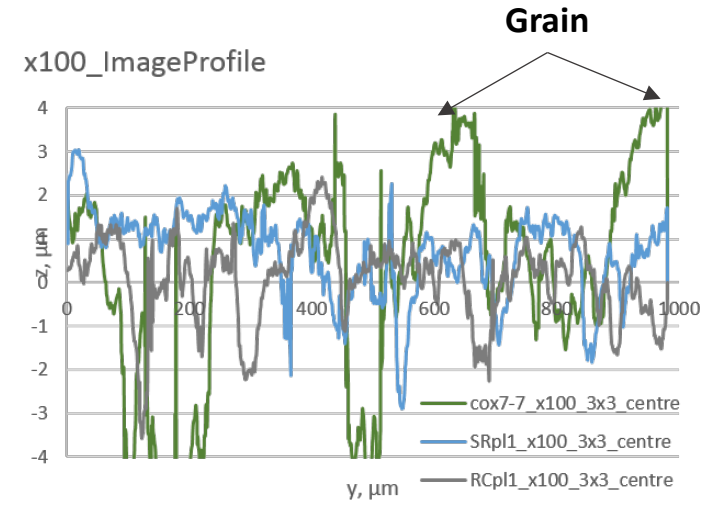
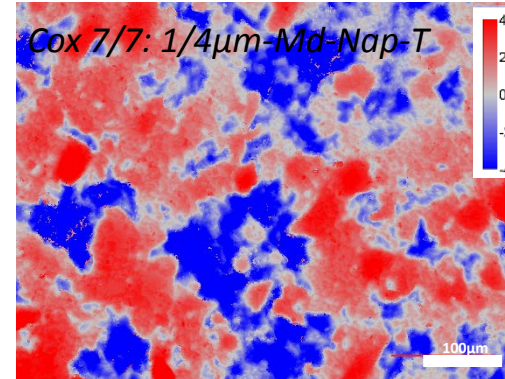
(travaux de thèse de N. Matskova, 2018)

Last step: 1/4 μm, 30N, 40/50 rpm

At magnification x20



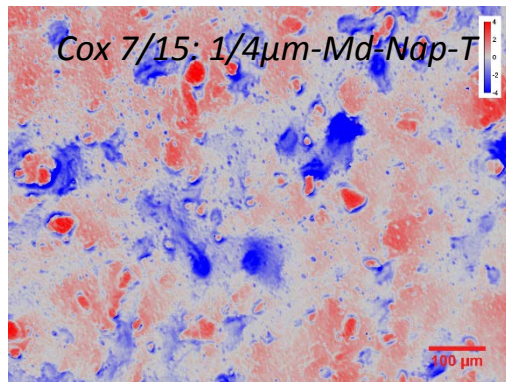
At magnification x100  
area3x3



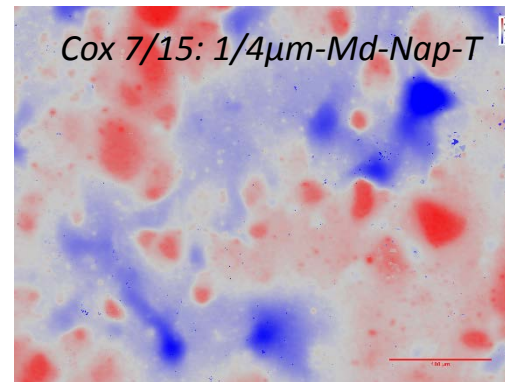
**Long time protocole**

Last step: 1/4 μm, 30N, 40/50 rpm

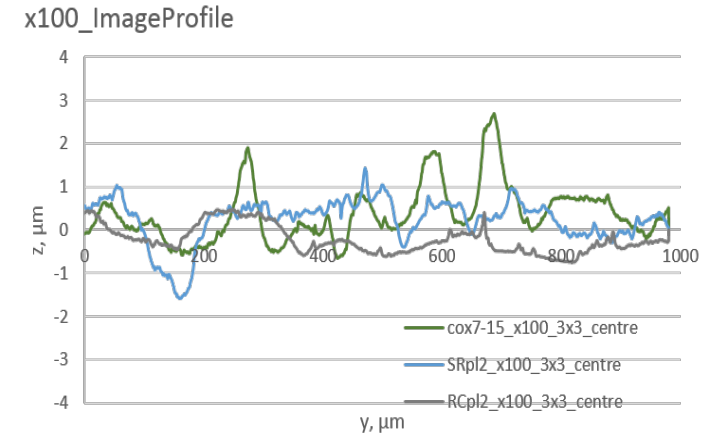
At magnification x20



At magnification x100  
area3x3



*Influence du temps sur la qualité du polissage*

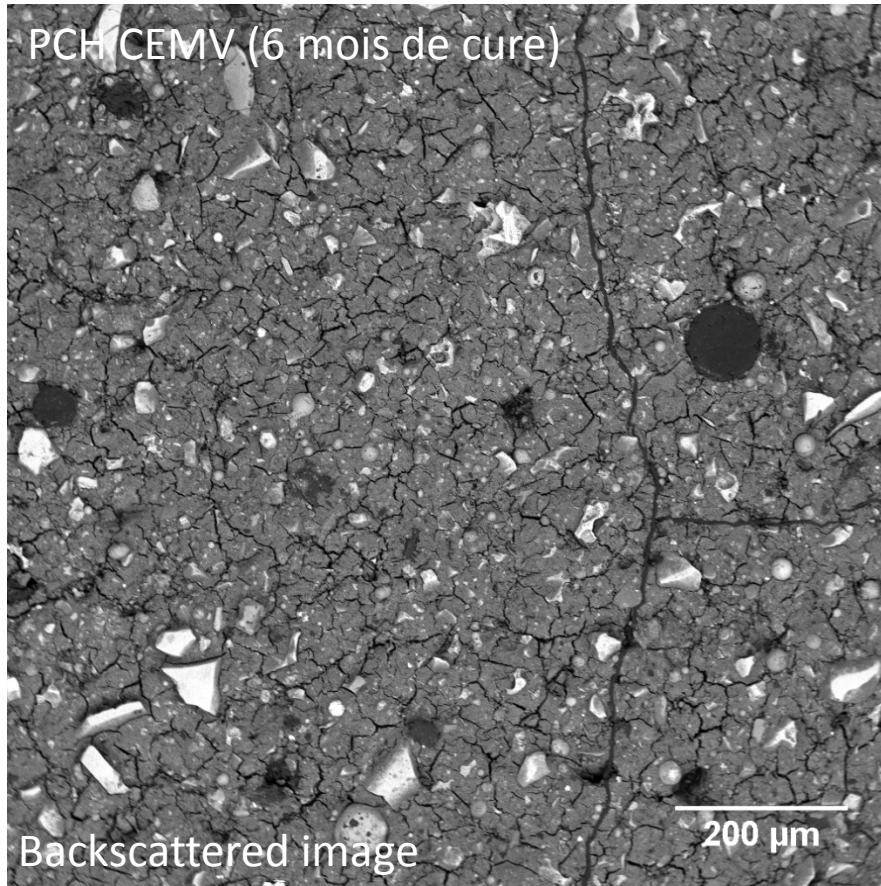


# Artefacts liés aux étapes de polissage

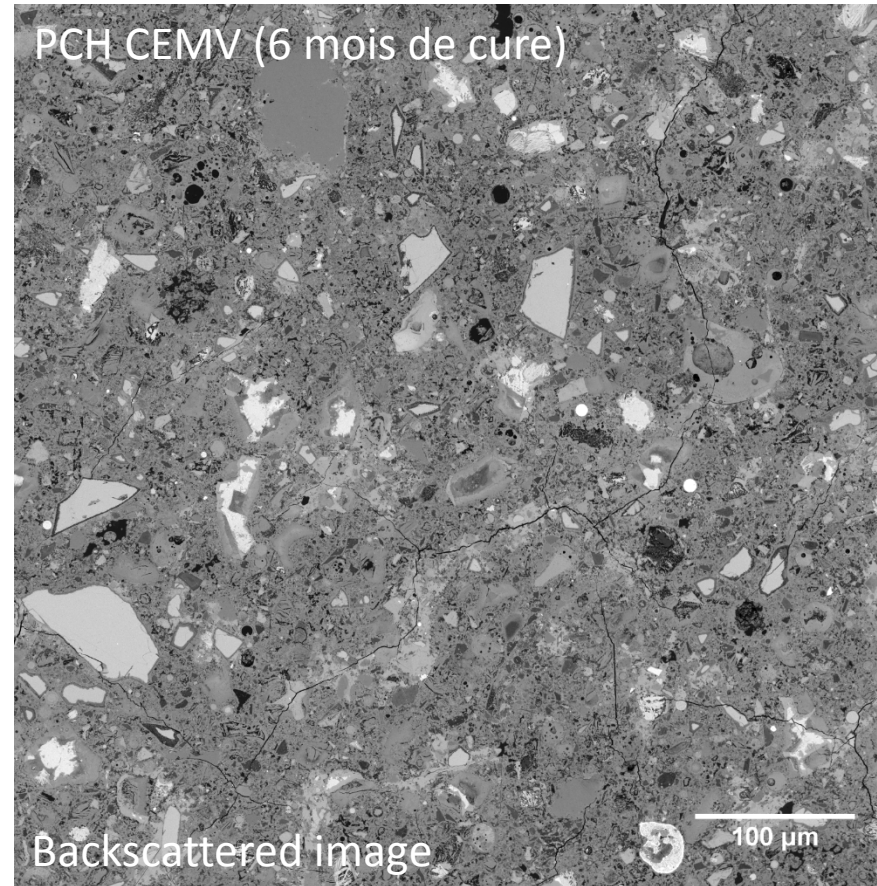
## Polissage des pâtes de ciment hydraté (PCH)

Importance du solvant utilisé durant le polissage

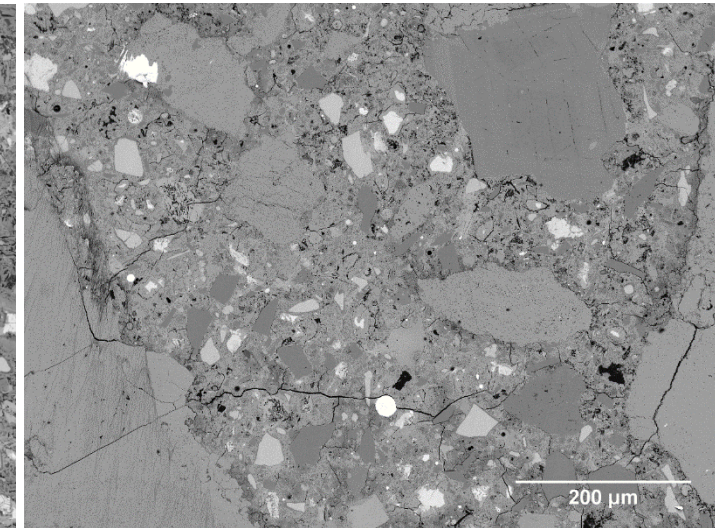
Etape de préparation indispensable pour imagerie haute résolution (5nm) à basse énergie



Polissage suspension diamantée à base eau/éthanol



Polissage suspension diamantée à base huile



Polissage ionique « cross section »  
Limitation du champ de polissage <math>< 1 \text{ mm}^2</math>

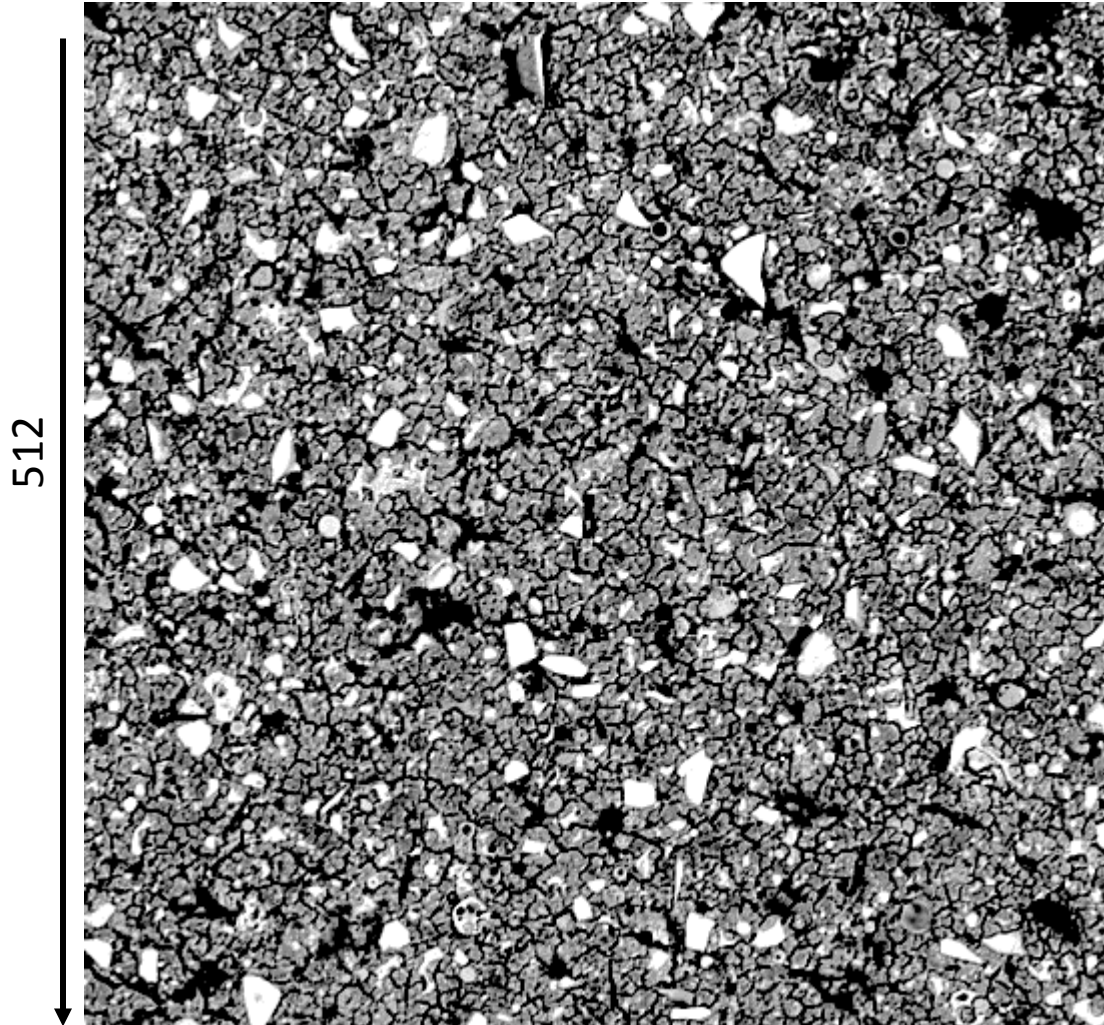
**Artéfact sur la  
structure de la  
matrice**

# Artefacts liés aux étapes de polissage

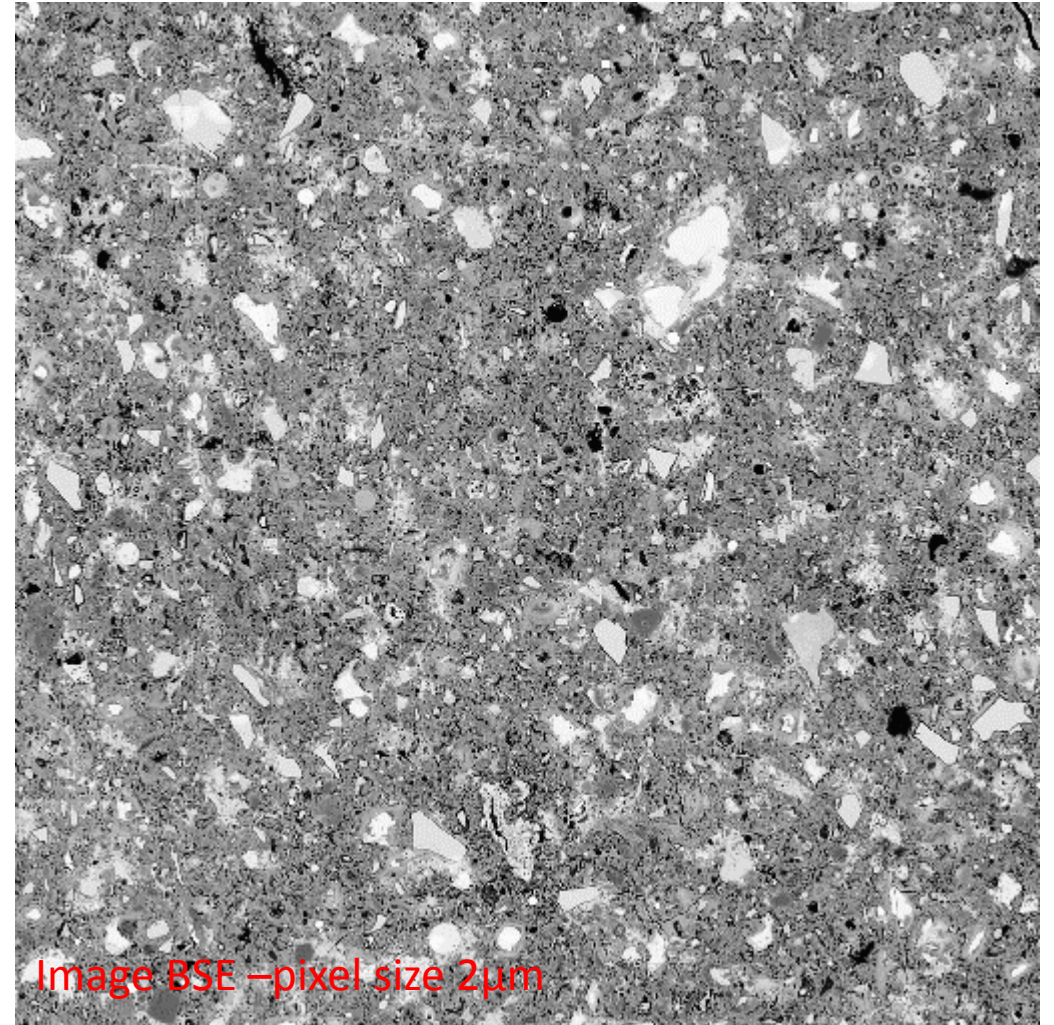
## Polissage des pâtes de ciment hydraté (PCH)

Echantillon imprégné - Polissage solvant base eau

512



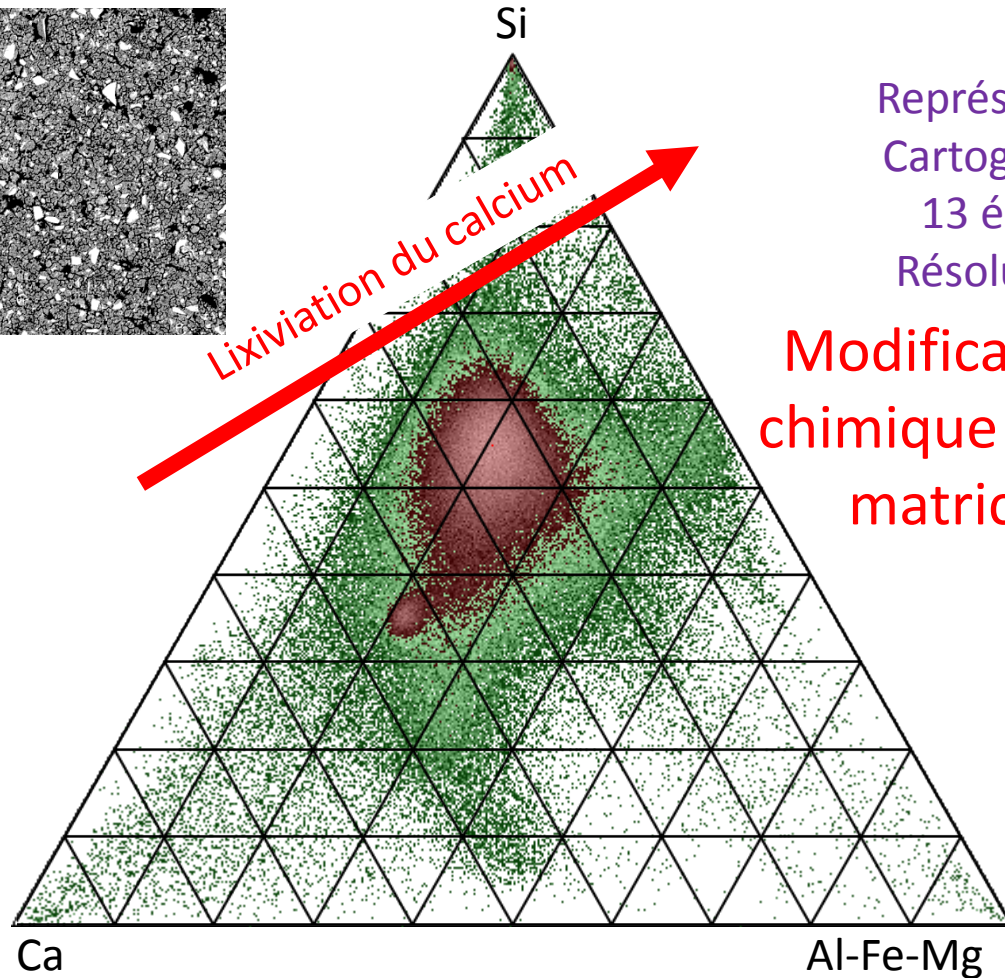
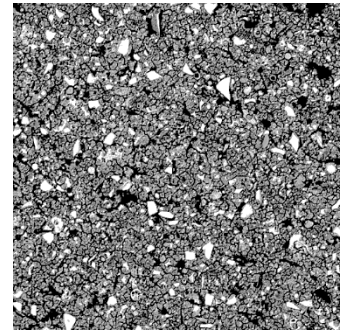
Echantillon imprégné - Polissage base huile



# Artefacts liés aux étapes de polissage

Malgré l'imprégnation → impact sur la chimie des matériaux

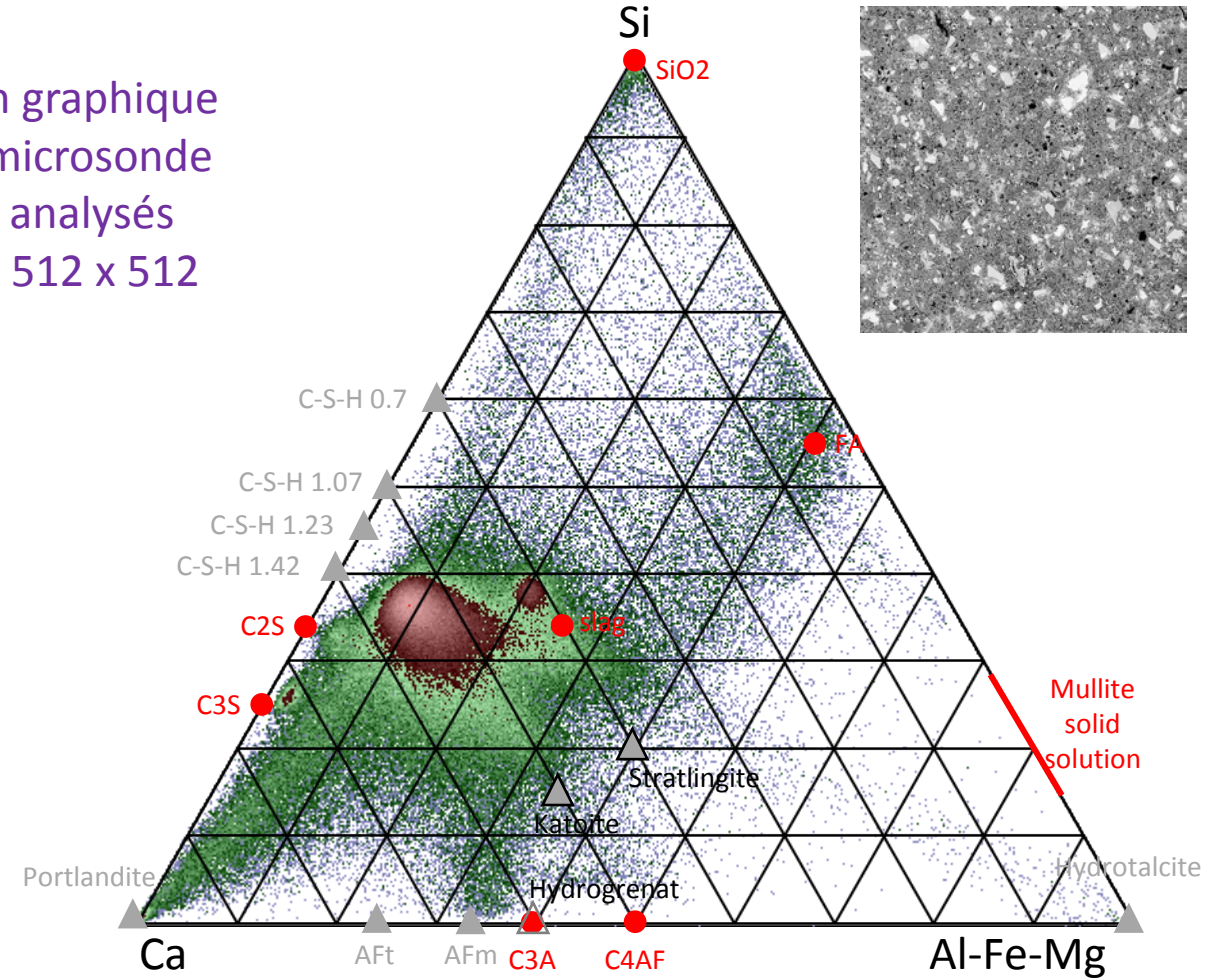
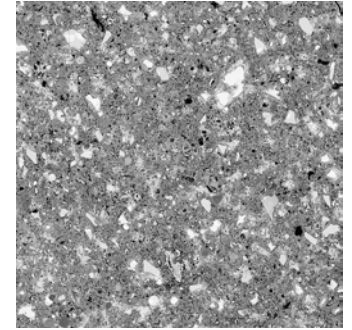
Echantillon imprégné - Polissage solvant base eau



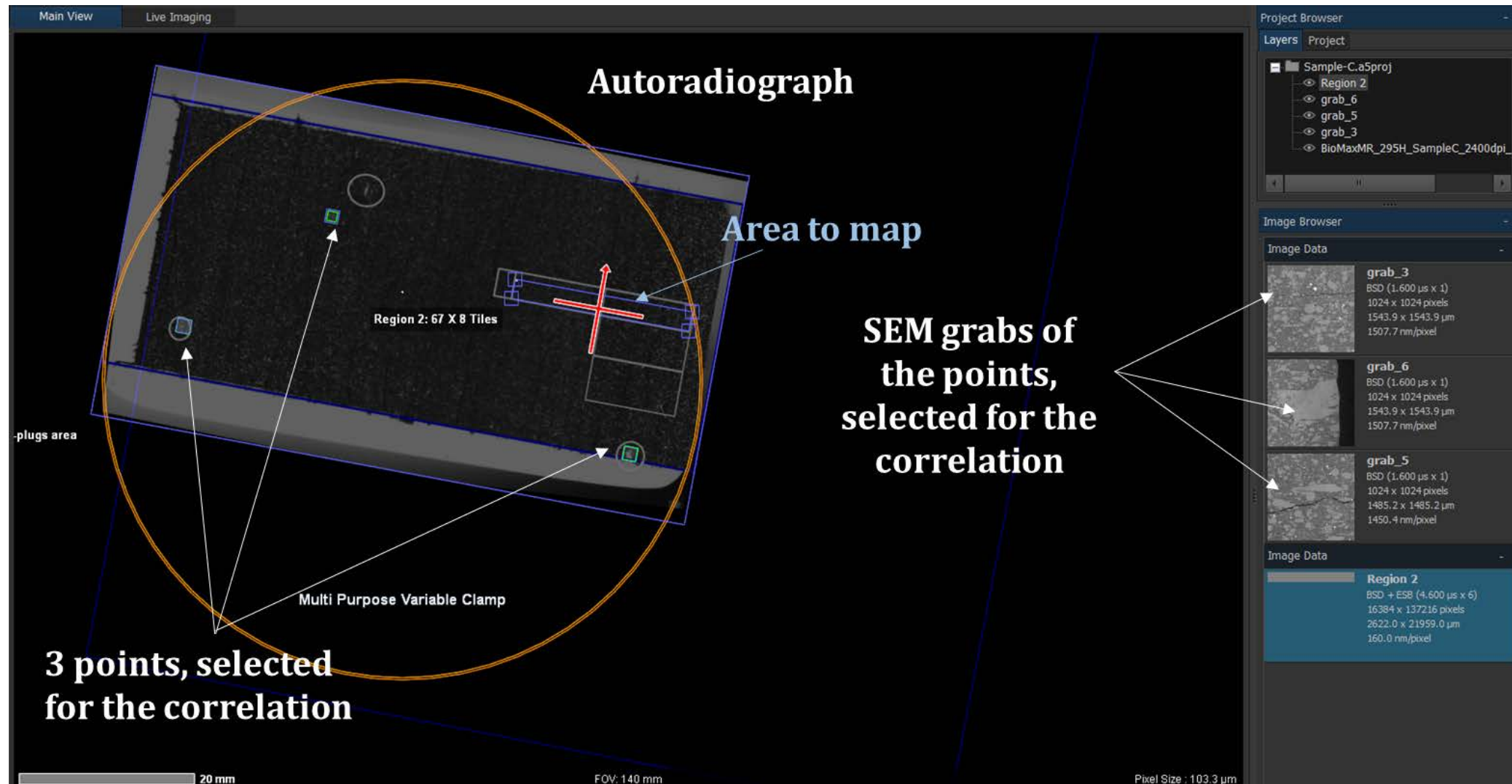
Représentation graphique  
Cartographie microsonde  
13 éléments analysés  
Résolution de 512 x 512

Modification  
chimique de la  
matrice

Echantillon imprégné - Polissage base huile



Mosaïque d'images « google MEB »



**Autoradiograph**

Area to map

Region 2: 67 X 8 Tiles

SEM grabs of the points, selected for the correlation

3 points, selected for the correlation

Multi Purpose Variable Clamp

Project Browser

- Sample-C.a5proj
  - Region 2
  - grab\_6
  - grab\_5
  - grab\_3
  - BioMaxMR\_295H\_SampleC\_2400dpi\_

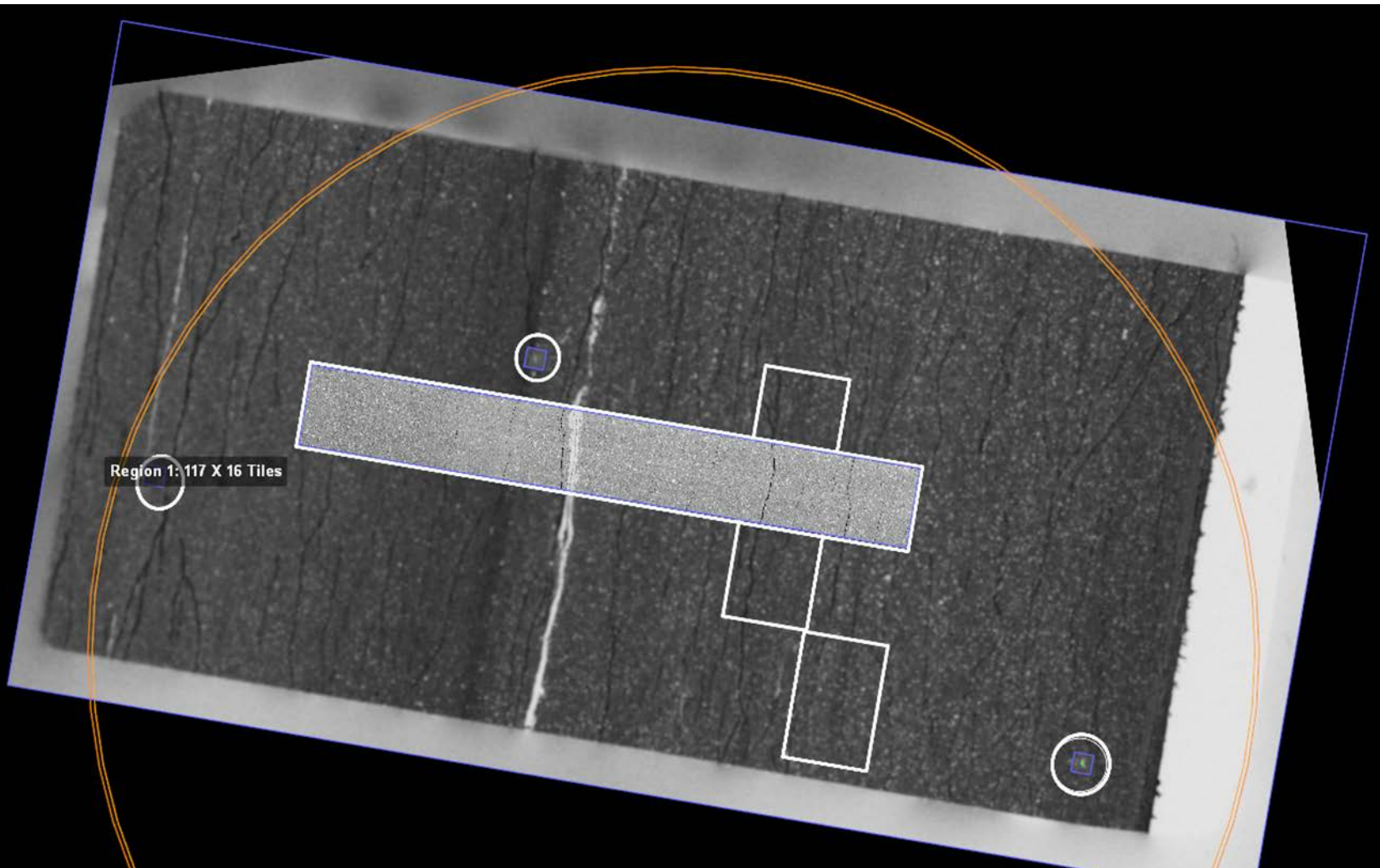
Image Browser

Image Data

- grab\_3**  
BSD (1,600 µs x 1)  
1024 x 1024 pixels  
1543.9 x 1543.9 µm  
1507.7 nm/pixel
- grab\_6**  
BSD (1,600 µs x 1)  
1024 x 1024 pixels  
1543.9 x 1543.9 µm  
1507.7 nm/pixel
- grab\_5**  
BSD (1,600 µs x 1)  
1024 x 1024 pixels  
1485.2 x 1485.2 µm  
1450.4 nm/pixel
- Region 2**  
BSD + ESB (4,600 µs x 6)  
16384 x 137216 pixels  
2622.0 x 21959.0 µm  
160.0 nm/pixel

20 mm      FOV: 140 mm      Pixel Size : 103.3 µm

## Mosaïque d'images « google MEB »



FOV 4 cm  
1800 tuiles  
Taille de pixel de 150 nm  
Corrélée avec autoradiographie

## Merci de votre attention

Et au travail acharné et méticuleux de:

- Natalia Matskova (BRGM, IC2MP)
- Anne-Laure Fauchille (IC2MP)
- Stéphane Gaboreau (BRGM)
- Dimitri Prêt (IC2MP)
- Imène Esteve (IMPMP)