

Caractérisation des matériaux d'origine géologique: Roches et Minéraux

Omar BOUDOUMA

Plateforme CCM
ISTEP - Sorbonne Université

Quelques définitions

Minéral :

- Objet solide naturel avec une structure cristalline.
- Structure atomique ordonnée et une composition chimique précise.
- Défini par une maille élémentaire qui se répète dans les 3 dimensions.



Microcline et améthyste
(collection de Minéralogie – SU)

Quelques définitions

Minéral :

- Objet solide naturel avec une structure cristalline.
- Structure atomique ordonnée et une composition chimique précise.
- Défini par une maille élémentaire qui se répète dans les 3 dimensions.

Cristal:

- Répond à la définition d'un minéral, mais pourrait être d'origine artificielle (synthétique).

Quelques définitions

Minéral :

- Objet solide naturel avec une structure cristalline.
- Structure atomique ordonnée et une composition chimique précise.
- Défini par une maille élémentaire qui se répète dans les 3 dimensions.

Cristal:

- Répond à la définition d'un minéral, mais pourrait être d'origine artificielle (synthétique).

Roche :

- Objet naturel, avec des assemblages de minéraux, phases amorphes et parfois de fragments organiques, ou de la matière organique. (Granite, obsidienne, sable, pétrole).



**Basalte avec des xénolithes de péridotites
(Massif Central)**

Quelques définitions

Minéral :

- Objet solide naturel avec une structure cristalline.
- Structure atomique ordonnée et une composition chimique précise.
- Défini par une maille élémentaire qui se répète dans les 3 dimensions.

Cristal:

- Répond à la définition d'un minéral, mais pourrait être d'origine artificielle (synthétique).

Roche :

- Objet naturel, avec des assemblages de minéraux, de phases amorphes et parfois de fragments organiques, ou de la matière organique. (Granite, obsidienne, sable, pétrole).

Pierre :

- Une roche consolidée
- Gemme



Quelques définitions

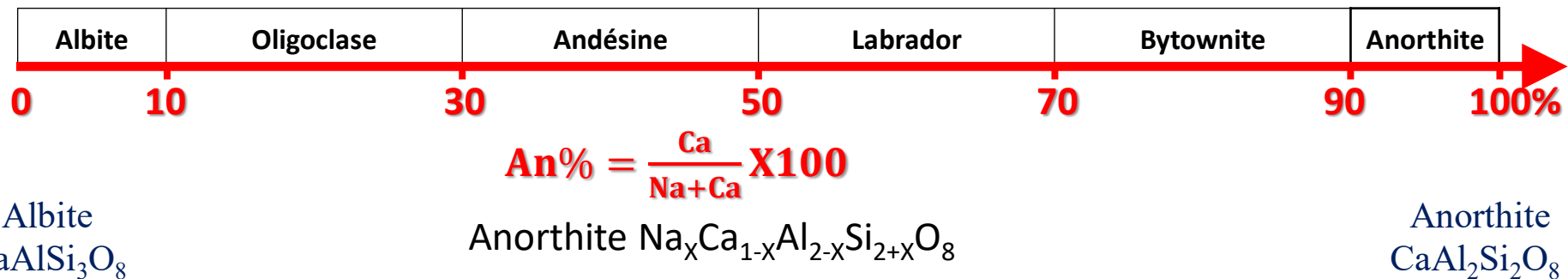
Solution Solide:

Certains minéraux ont des compositions chimiques simples qui ne varient jamais, d'autres ont des compositions qui varient beaucoup.

Dans certains minéraux, ces compositions variables, sont des mélanges homogènes, à l'échelle atomique, entre des compositions plus simples qu'on appelle **pôles purs**.

Ce mélange à l'état solide, entre 2 pôles purs, est appelé une **solution solide**.

Le plagioclase (feldspath) forme une solution solide continue entre l'**Albite** (le pôle pur sodique $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) et l'**Anorthite** (le pôle pur calcique $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$). Toutes les compositions intermédiaires, entre ces 2 pôles, existent dans la nature.



Il existe 3 familles de roches : sédimentaires, métamorphiques et magmatiques.

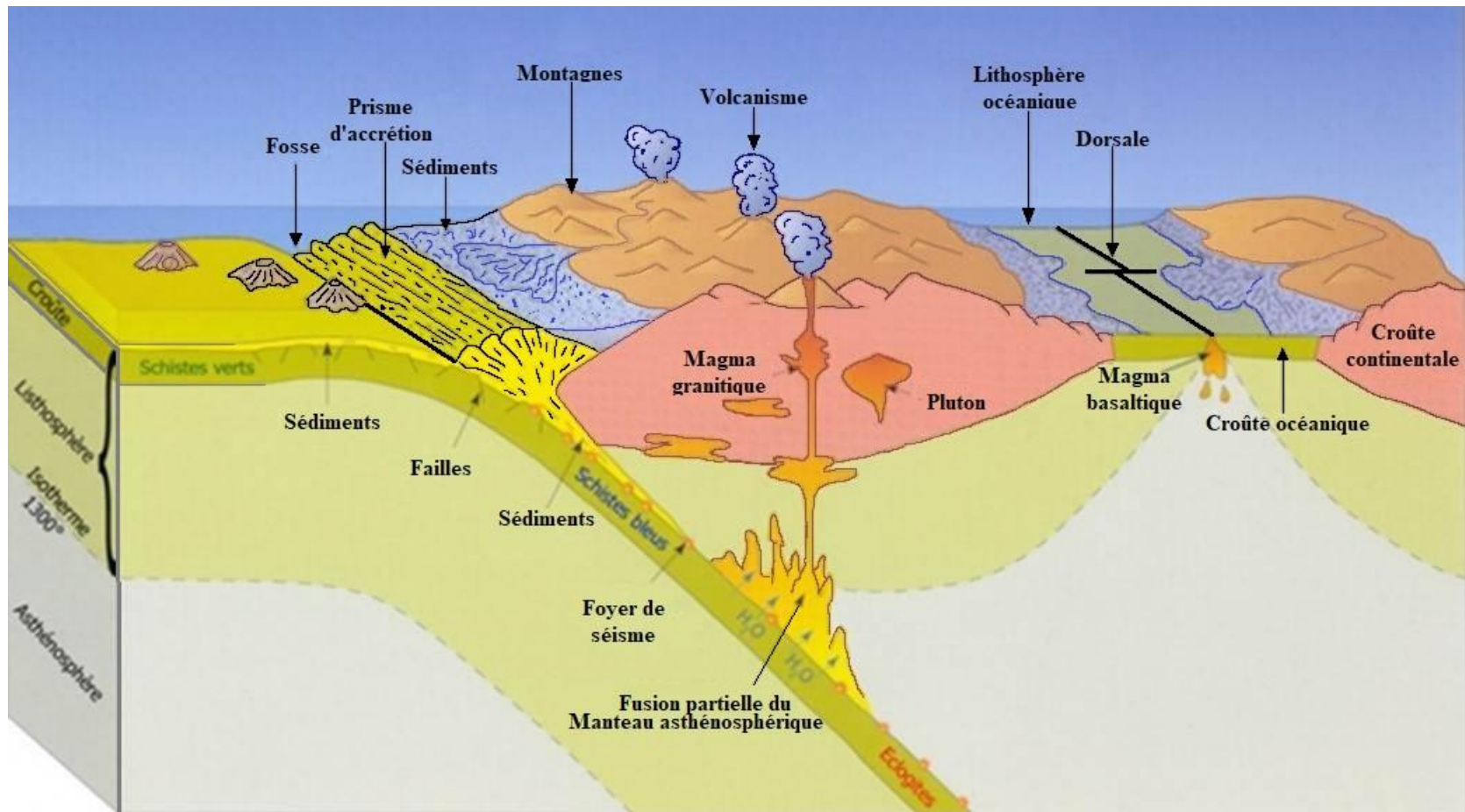


Schéma montrant des zones d'accrétion océanique et de subduction.

- En raison de la complexité des échantillons à caractériser, une configuration technique minimale du MEB est nécessaire . Un MEB conventionnel peut être utilisé, mais un MEB-FEG avec une pointe Schottky est l'outil le plus approprié.
- Un détecteur d'électrons secondaires (de type Everhart Thornley).
- Un détecteur d'électrons rétrodiffusés.
- Un système EDS avec un détecteur qui a une bonne résolution (au moins 125 eV).

En option :

- Un système de détection de la cathodoluminescence (aussi bien en imagerie et qu'en spectrale).
- Un système de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)/Ou
- Un spectromètre Raman.

Lors de la caractérisation d'une roche 3 scénarios sont possibles :

- Scénario 1:

- Contexte géologique bien connu (localisation et famille de la roche).
- Investigations et études préalables ont été menées. On connaît la texture, les principaux minéraux et même le type de roche :
 - Etude pétrographique au microscope optique à lumière polarisée.
 - Diffraction de RX pour les roches sédimentaires.

Au MEB on va confirmer la nature des minéraux identifiés au MOLP (morphologie, chimie, relation entre les phases, structure) et compléter la caractérisation des phases ou minéraux dont la taille ne permet pas l'identification au microscope optique.

○ Scénario 2 :

- Contexte géologique est bien connu (localisation et famille de la roche).
- Peu ou pas d'informations sur les principaux minéraux ainsi que sur la texture :
 - Les cristaux sont trop petits pour être caractérisés au MOLP.
 - La présence de matière organique ou des minéraux opaques (oxydes Fe-Ti, sulfures...) empêchent d'identifier les différentes phases présentes.

Au MEB on va essayer d'identifier toutes les phases ou minéraux présents (morphologie, chimie, chronologie et relation entre les minéraux voire pour certains leur structure cristalline).

○ Scénario 3 :

- Contexte géologique non connu, absence de localisation.
- Aucune étude préalable n'a été entreprise : pas d'informations sur la nature de la roche.

Situation très fréquente quand il s'agit de caractériser des roches supposées extraterrestres (météorites).

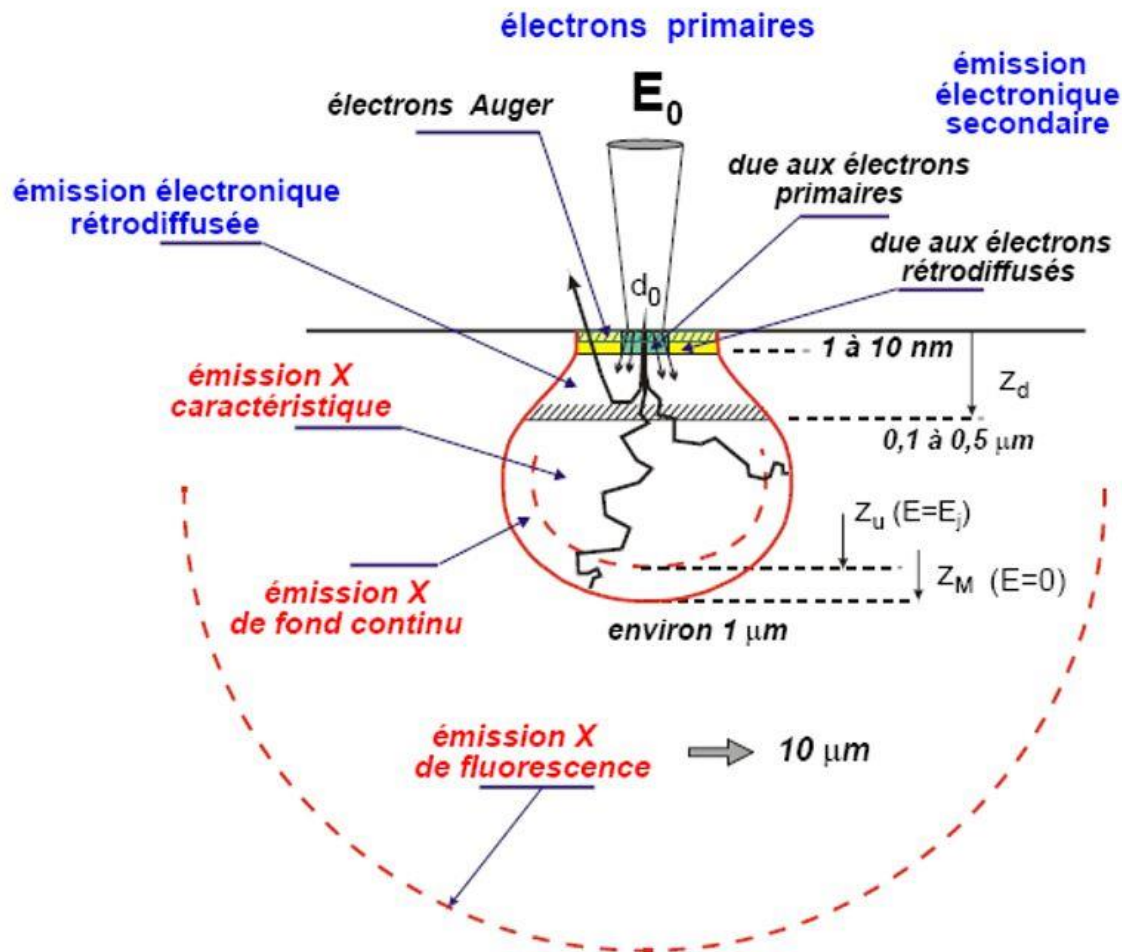
Plus de 80 % des roches ramassées dans le désert sont des roches terrestres (magmatiques, métamorphiques et sédimentaires).

La caractérisation au MEB consiste à:

- 1-** identifier toutes les phases ou minéraux présents (morphologie, chimie, chronologie et relation et entre les minéraux voire pour certains leur structure cristalline).
- 2-** caractériser les textures, les structures et les microstructures, la granulométrie.
- 3-** identifier les phénomènes de recristallisation.
- 4-** examiner les structures de déformation (s'il y en a).
- 5-** étudier le ciment (carbonates ou silice), la porosité et le processus de la diagenèse (compaction, cimentation, altération des grains) dans le roches sédimentaires.
- 6-** Identification des fossiles et microfossiles (Mollusques, écailles, foraminifères, diatomées, coccolithophoridés ...).

- On peut étudier une cassure fraîche (sans préparation préalable). Fragments de roches collés sur un support (colle au carbone ou de la colle d'Ag).
- Sciage des roches et préparation de "sucre" pour la fabrication de lames minces (lame mince, 30µm environ d'épaisseur, de roche collée sur une lame de verre).
- Des fragments de roche, ou des minéraux séparés peuvent être coulés dans une résine pour fabriquer des plots.
- Polissage de la surface, de la lame mince ou du plot, avec plusieurs granulométries d'abrasif, généralement du diamant, jusqu'au $\frac{1}{4}$ µm.
- Polissage ionique ou à la silice colloïdale pour les besoins de la diffraction (EBSD).
- Dépôt d'une couche de métallisation pour rendre la surface conductrice.

Interaction électron-matière



Profondeur et origine des différents signaux générés lors de l'interaction entre les électrons incidents et la matière de la cible. ©Jacky RUSTE

Analyse chimique quantitative:

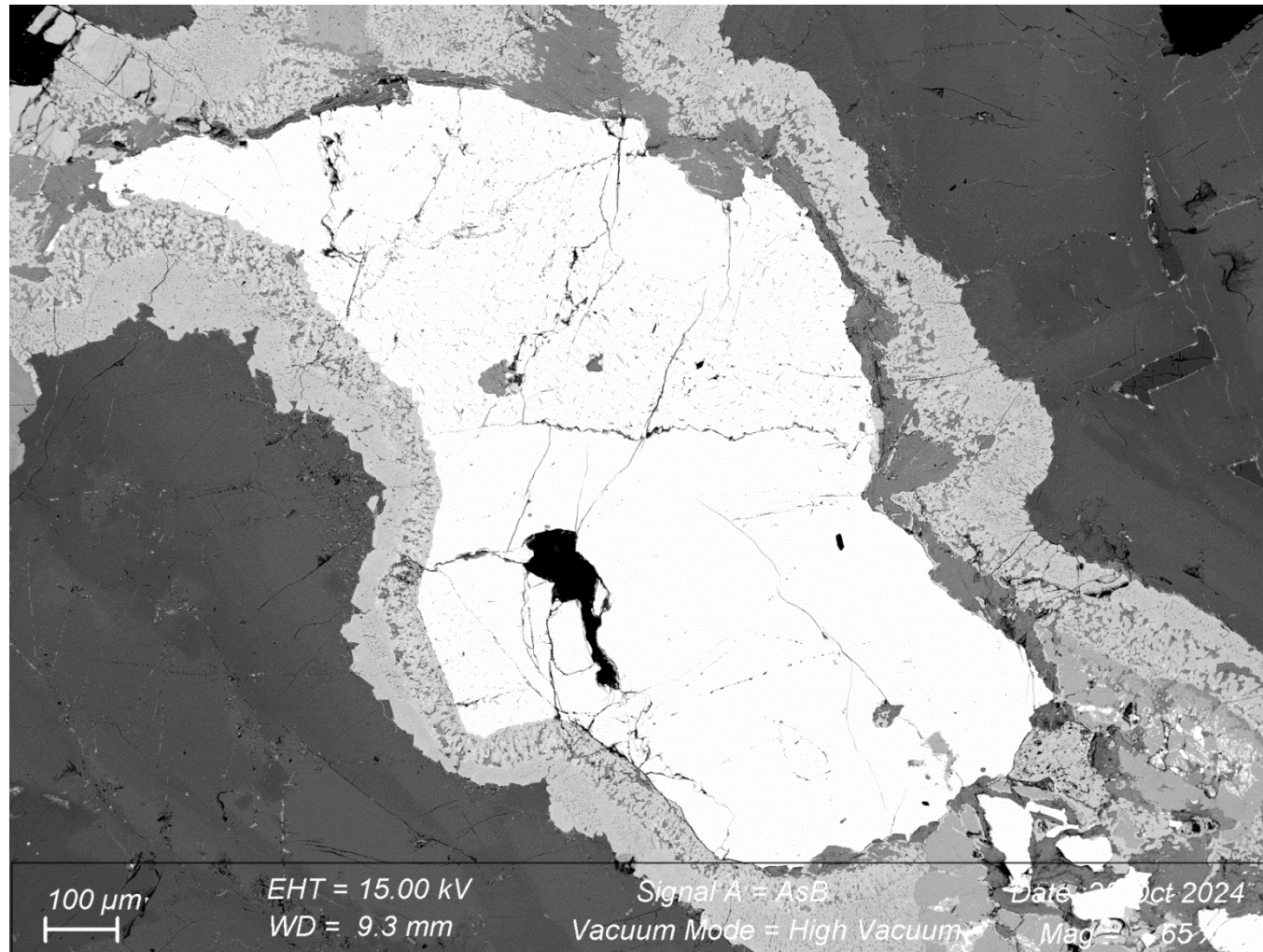
- Identifier les éléments chimiques qui constituent le minéral.
- Choisir la tension d'accélération du faisceau d'électrons .
- Identifier s'il y a des interférences entre les raies des différents éléments à analyser.
- Choisir les raies énergétiques qui présentent le moins d'interférences pour certains éléments lourds (Zr, As, U, Pb, Hg...). Privilégier les raies les plus énergétiques.
- Choisir l'intensité du faisceau électronique de manière à avoir un temps mort raisonnable et une résolution optimale (même conditions que celles pour l'acquisition des témoins).
- Privilégier l'analyse avec témoins (analyse non normalisée qui permet de se rendre compte des éléments manquants : Li, Be, OH) avec l'oxygène calculé par stœchiométrie.

Cartographie de répartition des éléments chimiques :

- Identifier les éléments chimiques si la cartographie élémentaire est « en zone d'intérêts ». Pas d'obligation pour les cartographies hyperspectrales (un spectre/pixel de l'image).
- Acquérir un spectre global de la zone. Identifier s'il y a des interférences entre les raies des différents éléments à analyser.
- Choisir la tension d'accélération des électrons (10, 15, 20 ou 25 kV).
- Choisir les raies énergétiques qui présentent le moins d'interférences pour certains éléments lourds (Zr, As, U, Pb, Hg...).
- Choisir l'intensité du faisceau électronique de manière à avoir un temps mort raisonnable et une résolution acceptable (éviter l'exagération des pics parasites : pics d'empilement et pics de fuite).
- Choisir le temps de comptage par pixel et la résolution de l'image en pixel (inutile de descendre en dessous d'une résolution de $1\mu\text{m}/\text{pixel}$ pour $\text{HV} = 15\text{kV}$).

Imagerie d'électrons rétrodiffusés (BSE) :

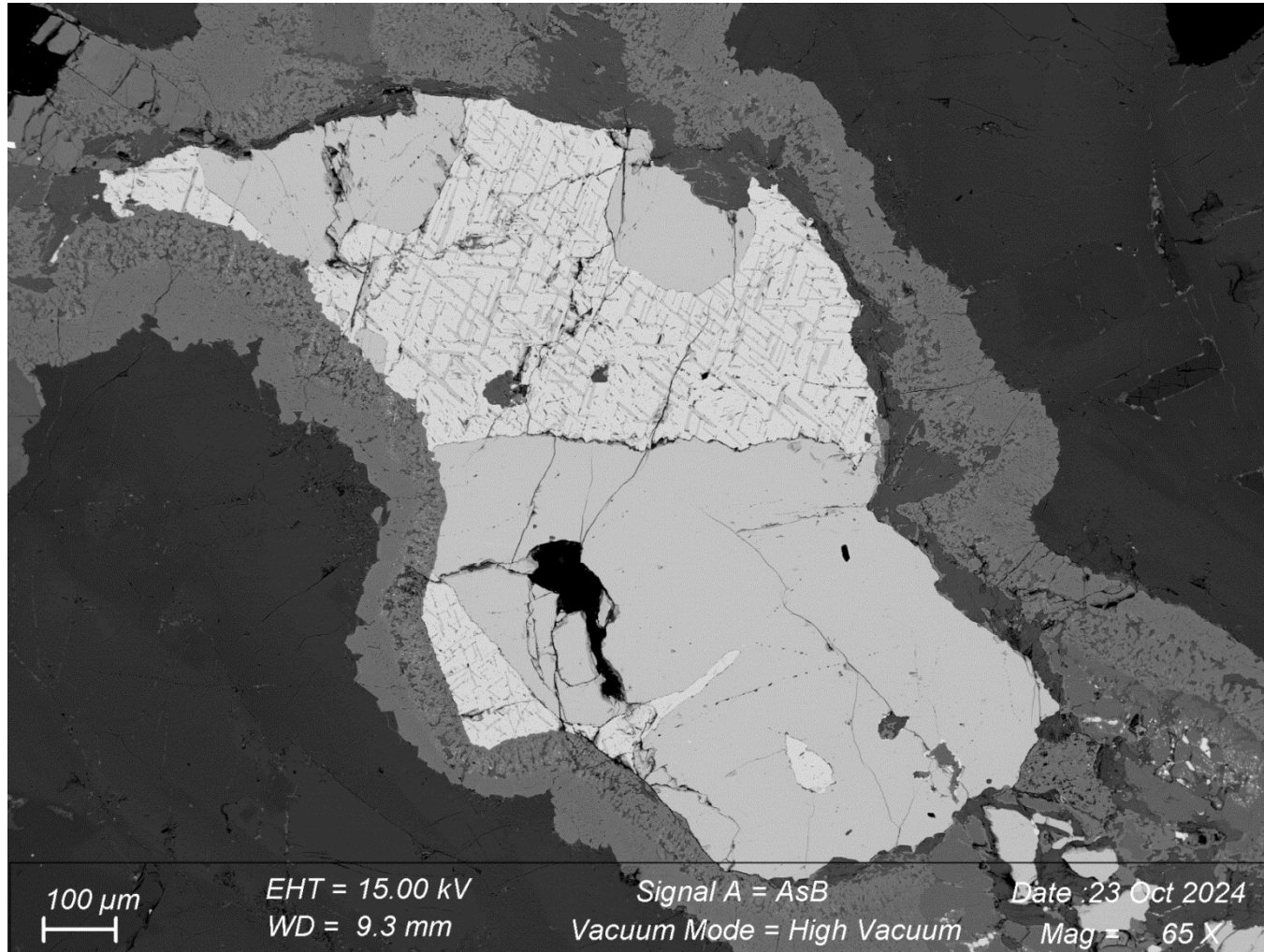
Réglages des contrastes en fonction des phases présentes et de leurs coefficients de rétrodiffusion.



Oxydes ferro-titanés (Ilménite, magnétite et spinelle) entourés de couronnes réactionnelles dans un gabbro coronitique (Région des gneiss de l'Ouest- Norvège).

Imagerie d'électrons rétrodiffusés (BSE) :

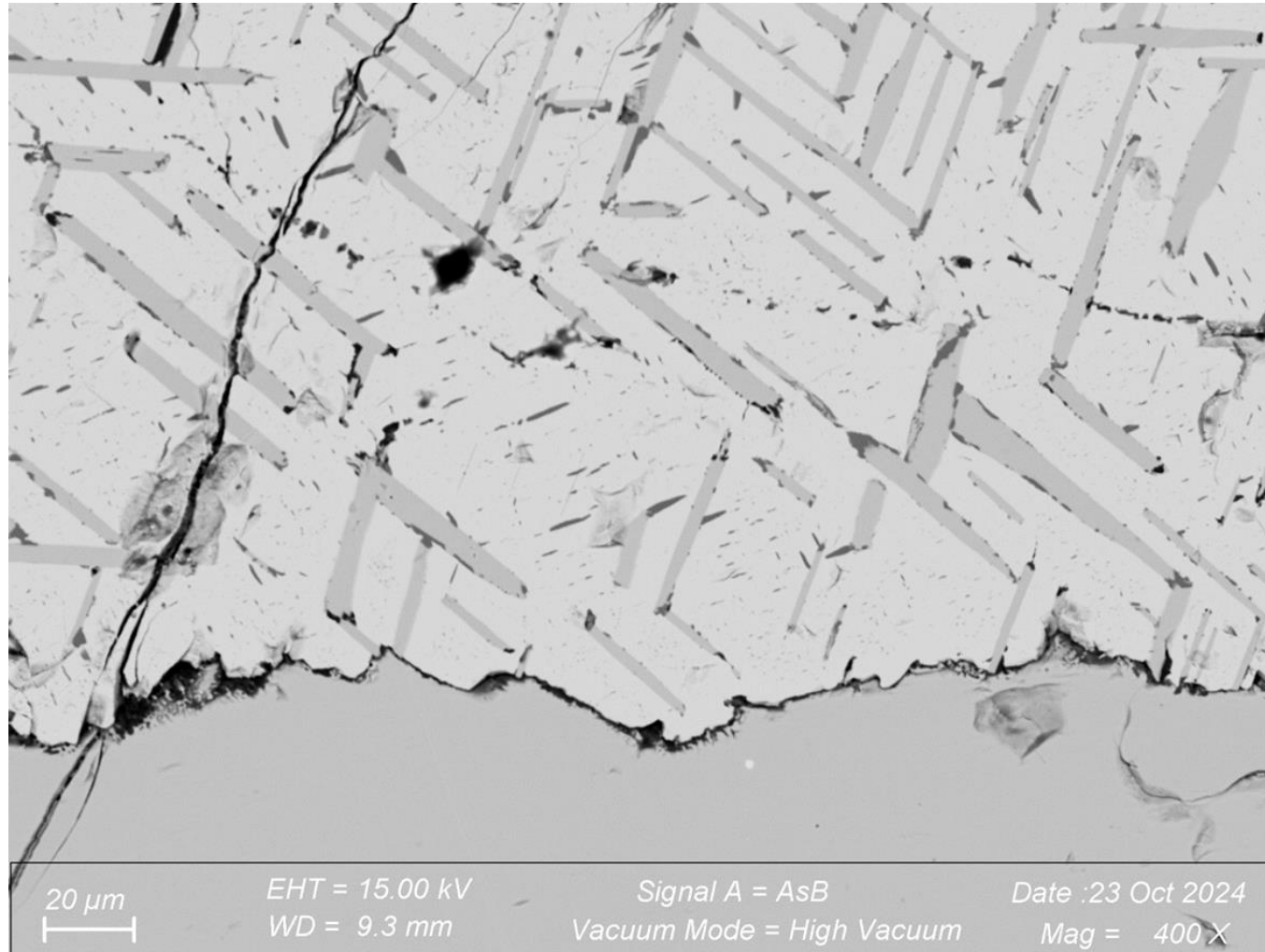
Réglages des contrastes en fonction des phases présentes et de leurs coefficients de rétrodiffusion.



Oxydes ferro-titanés (Ilménite, magnétite et spinelle) entourés de couronnes réactionnelles dans un gabbro coronitique (Région des gneiss de l'Ouest- Norvège).

Imagerie d'électrons rétrodiffusés (BSE) :

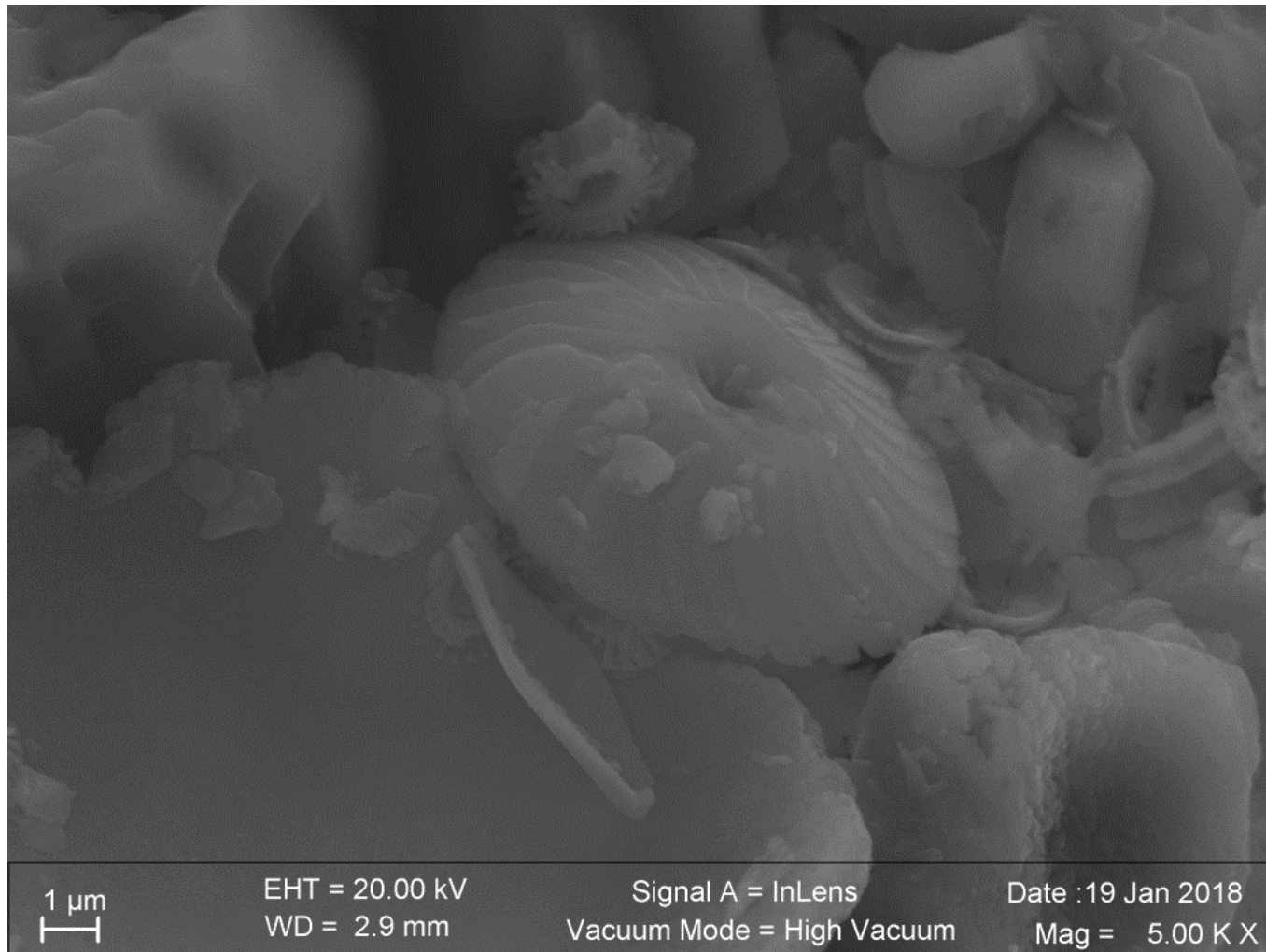
Réglages des contrastes en fonction des phases présentes et de leurs coefficients de rétrodiffusion.



Oxydes ferro-titanés (Ilménite, magnétite et spinelle) entourés de couronnes réactionnelles dans un gabbro coronitique (Région des gneiss de l'Ouest- Norvège).

Imagerie d'électrons secondaires(SE) :

Choix de la tension d'accélération, de l'intensité du faisceau électronique et des réglages des contrastes.

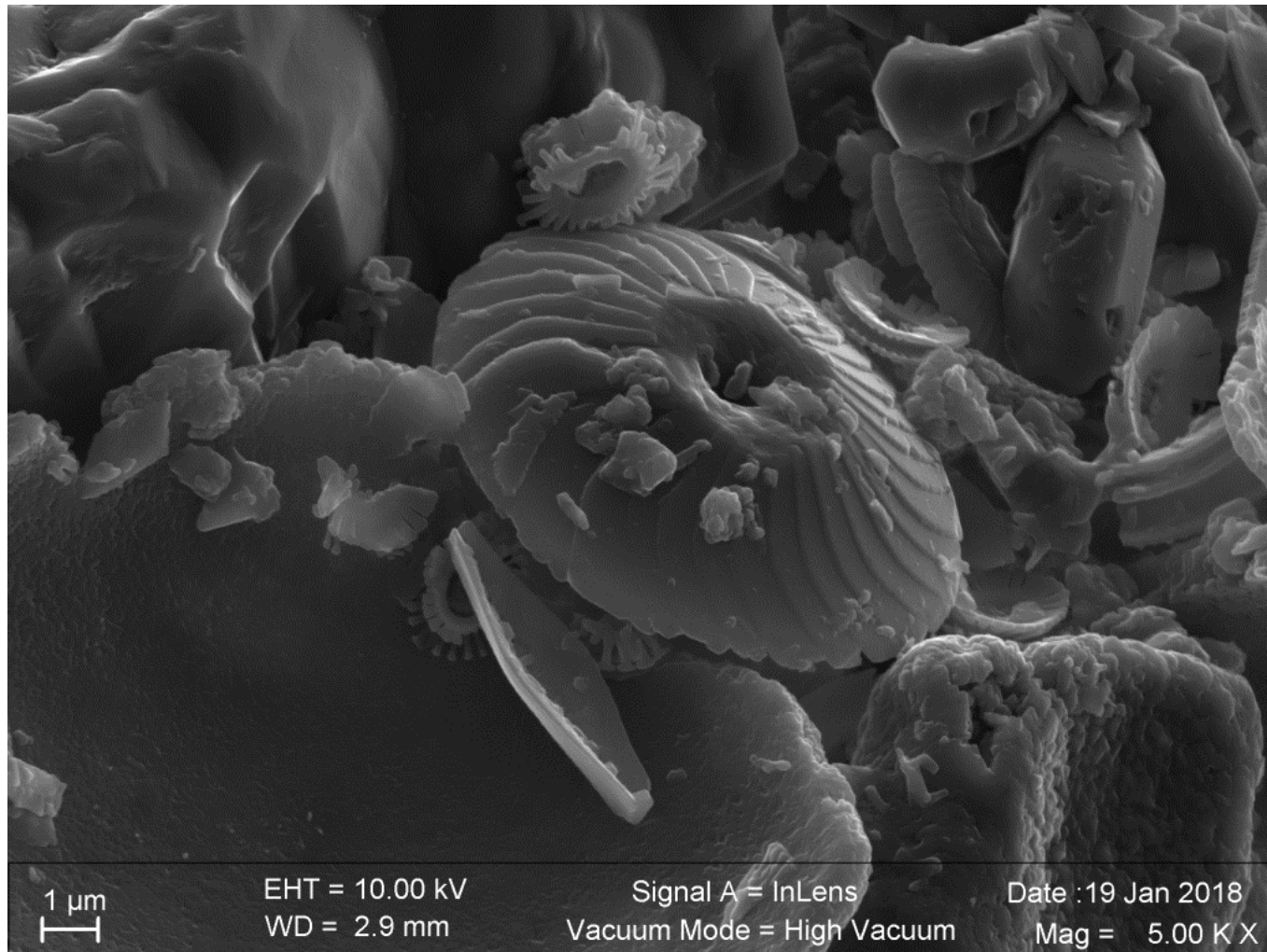


20 kV
≈ 12 nA

Roche sédimentaire avec des nanofossiles (Diatomées et coccolithophoridés).

Imagerie d'électrons secondaires(SE) :

Choix de la tension d'accélération, de l'intensité du faisceau électronique et des réglages des contrastes.

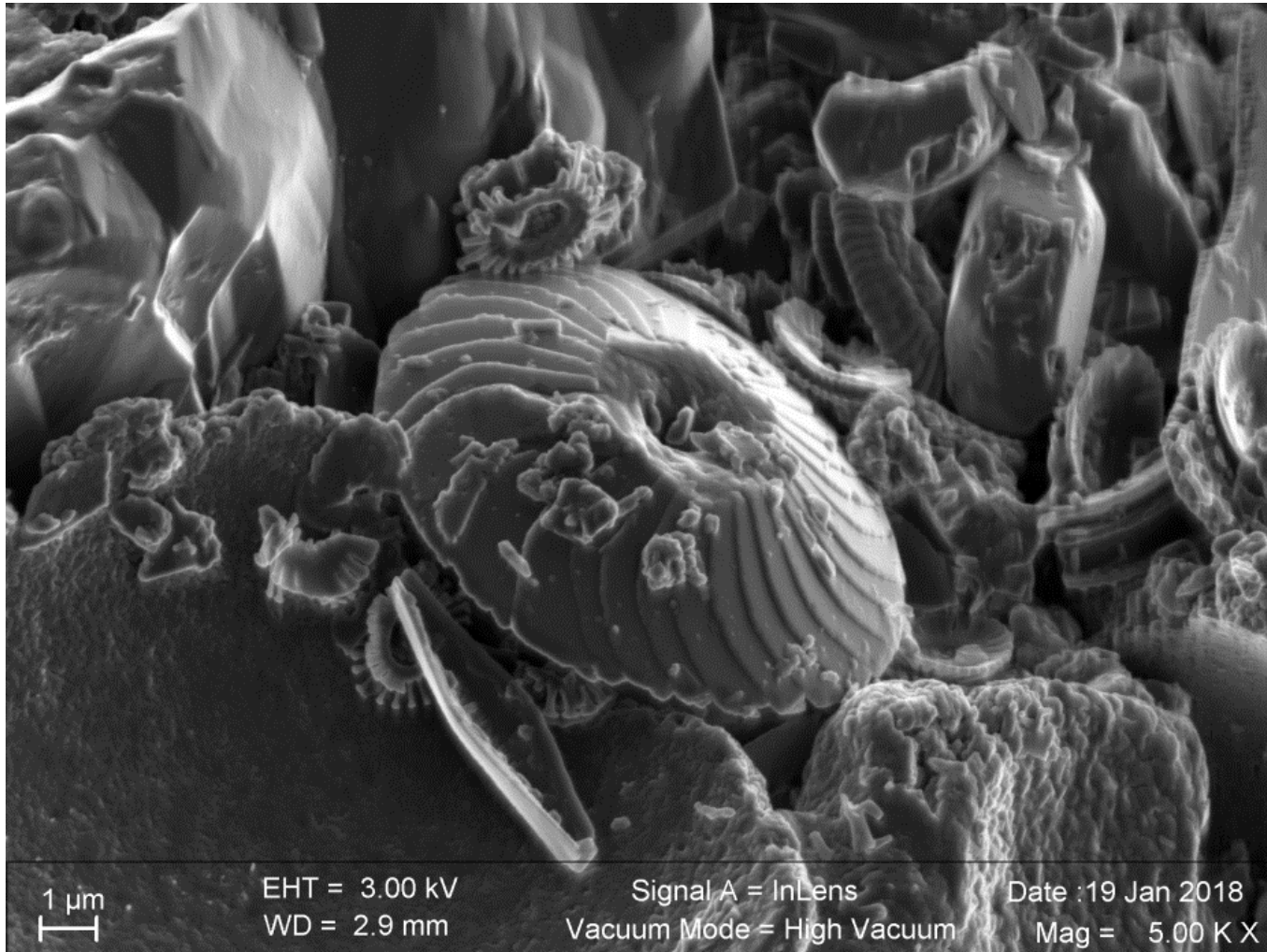


10 kV
 \approx 8 nA

Roche sédimentaire avec des nanofossiles (Diatomées et coccolithophoridés).

Imagerie d'électrons secondaires(SE) :

Choix de la tension d'accélération, de l'intensité du faisceau électronique et des réglages des contrastes.

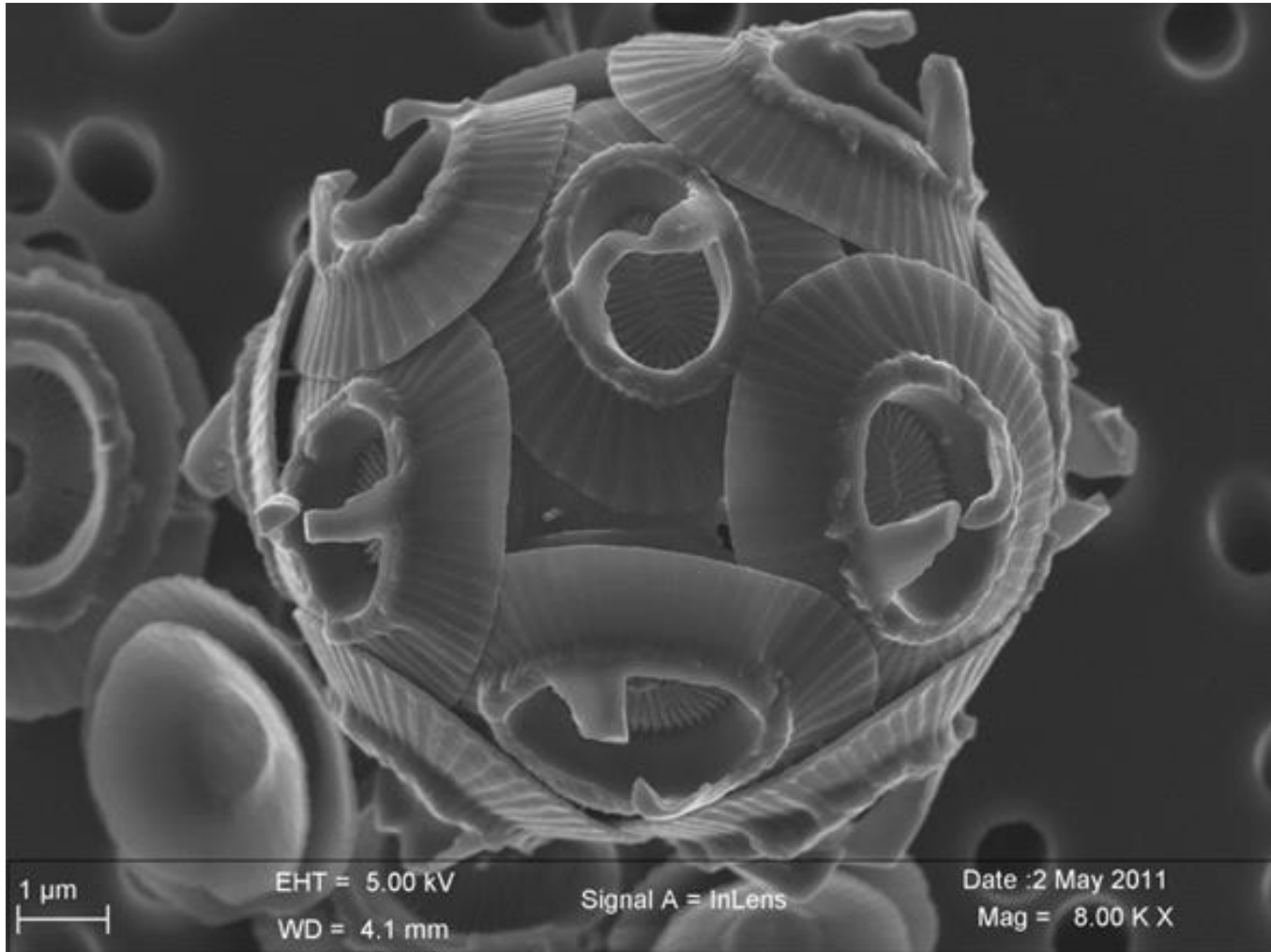


3 kV
≈ 100 pA

Roche sédimentaire avec des nanofossiles (Diatomées et coccolithophoridés).

Imagerie d'électrons secondaires(SE) :

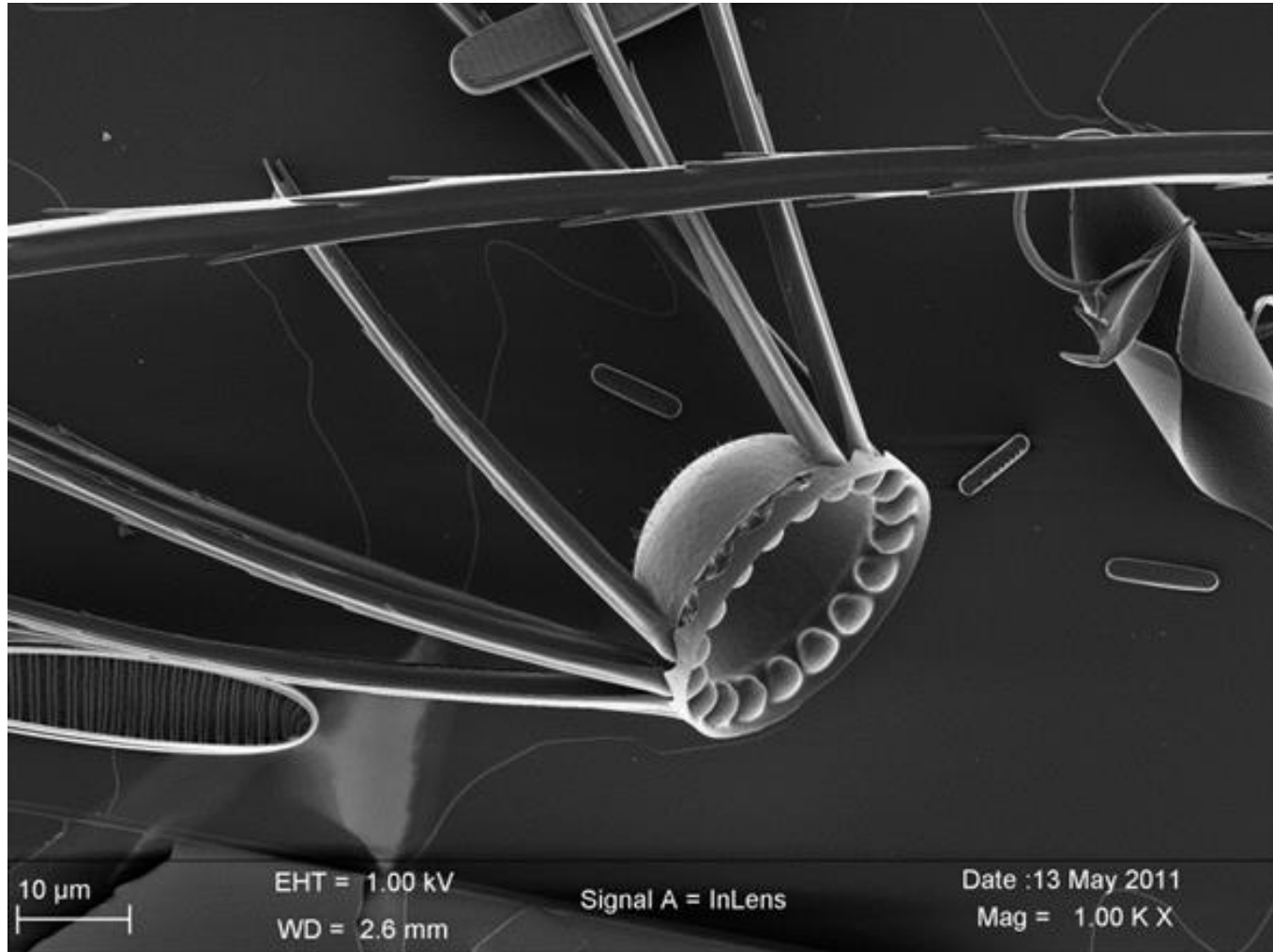
Choix de la tension d'accélération, de l'intensité du faisceau électronique et des réglages des contrastes.



Coccosphère: exosquelette de calcite de coccolithophoridés.

Imagerie d'électrons secondaires(SE) :

Choix de la tension d'accélération, de l'intensité du faisceau électronique et des réglages des contrastes.



Diatomées : algues a squelette siliceux.

- Mauvais état de surface dû à une absence de polissage ou un polissage incomplet.

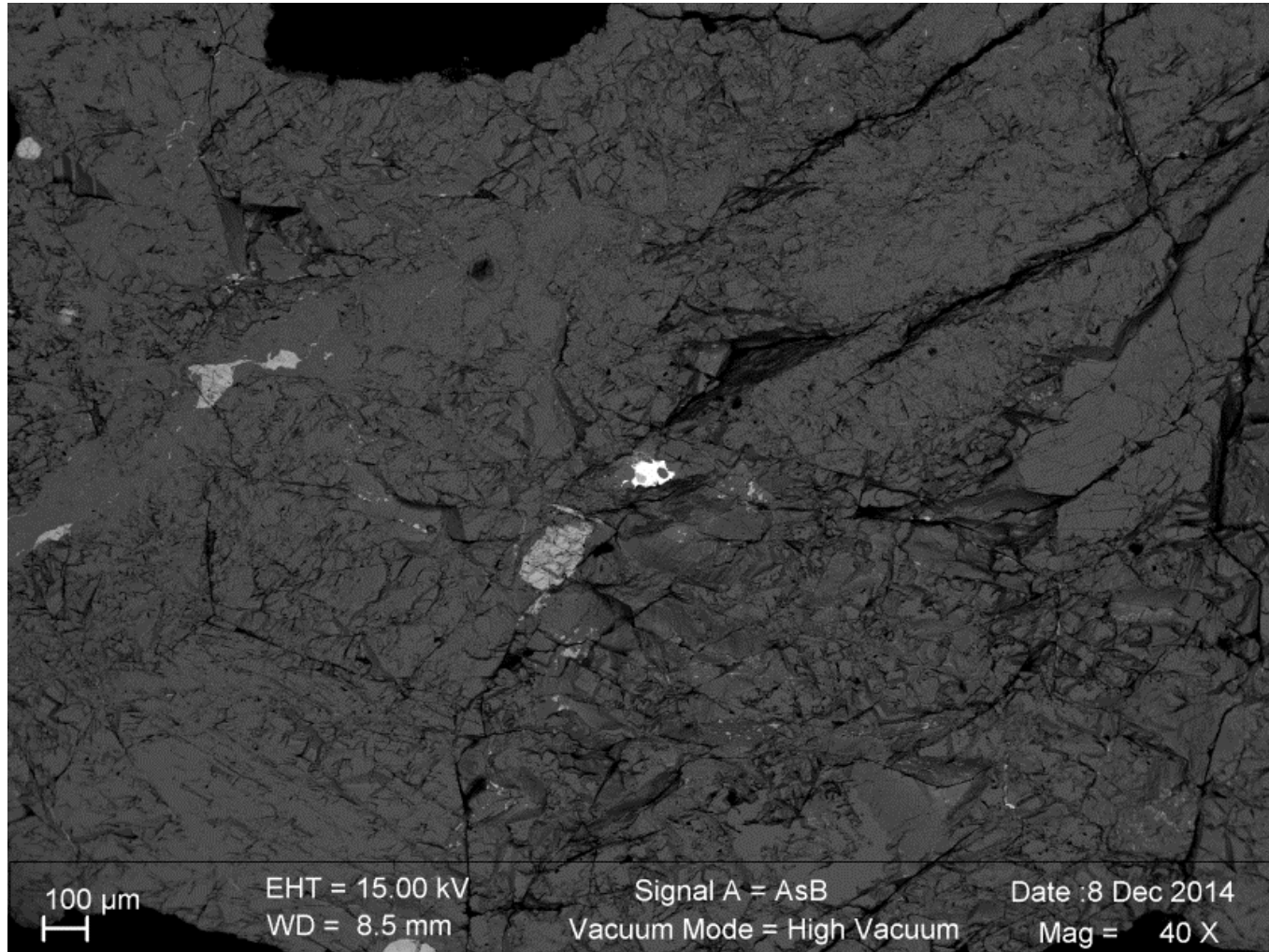


Image en électrons rétrodiffusés (BSE).

- Mauvais état de surface dû à une absence de polissage ou un polissage incomplet.

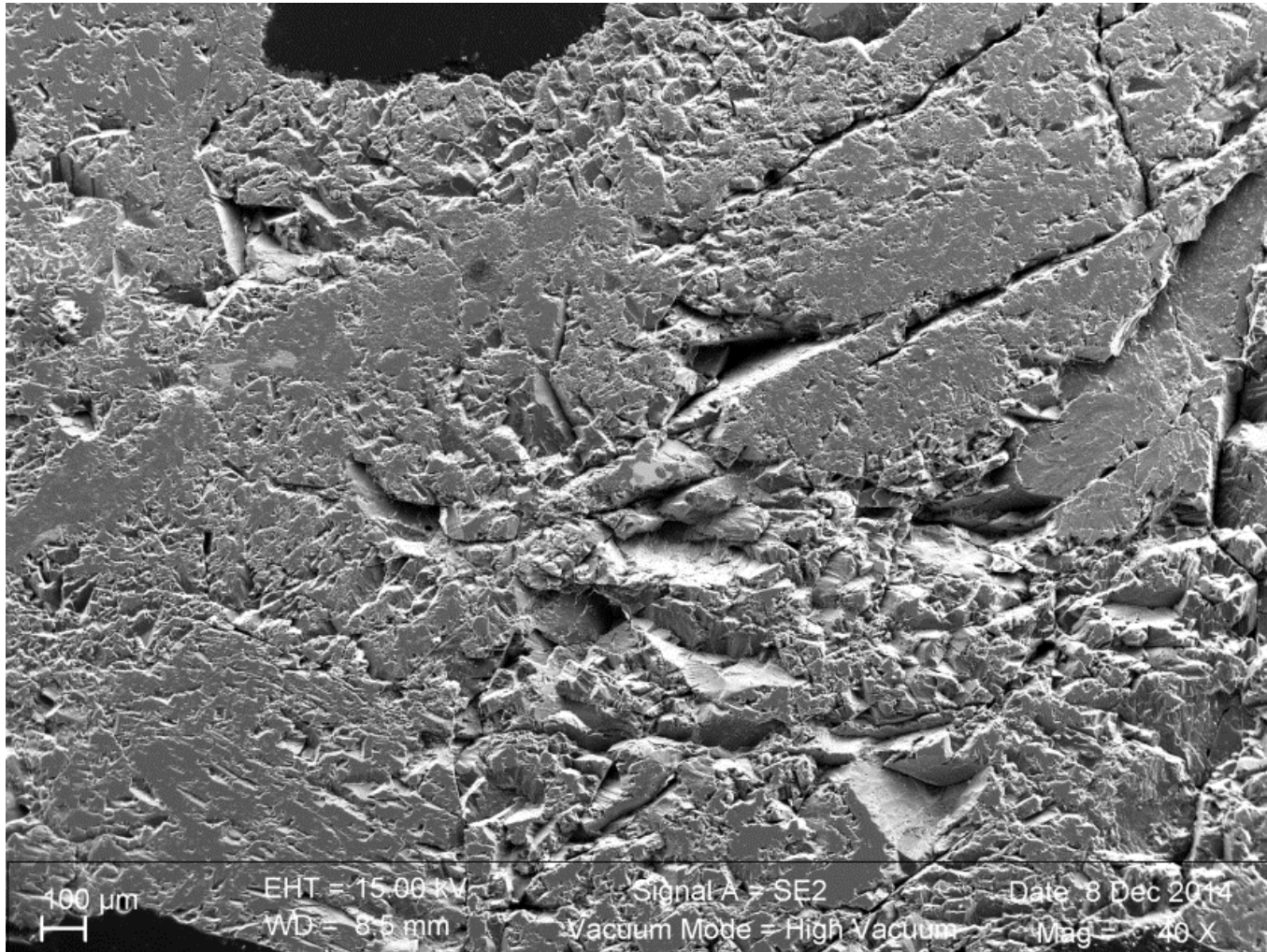


Image en électrons Secondaires (SE).

Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Surface sale de l'échantillon (présence de produit de polissage ou de poussières, sels, KCl, liés aux traces de doigts ou à des postillons).

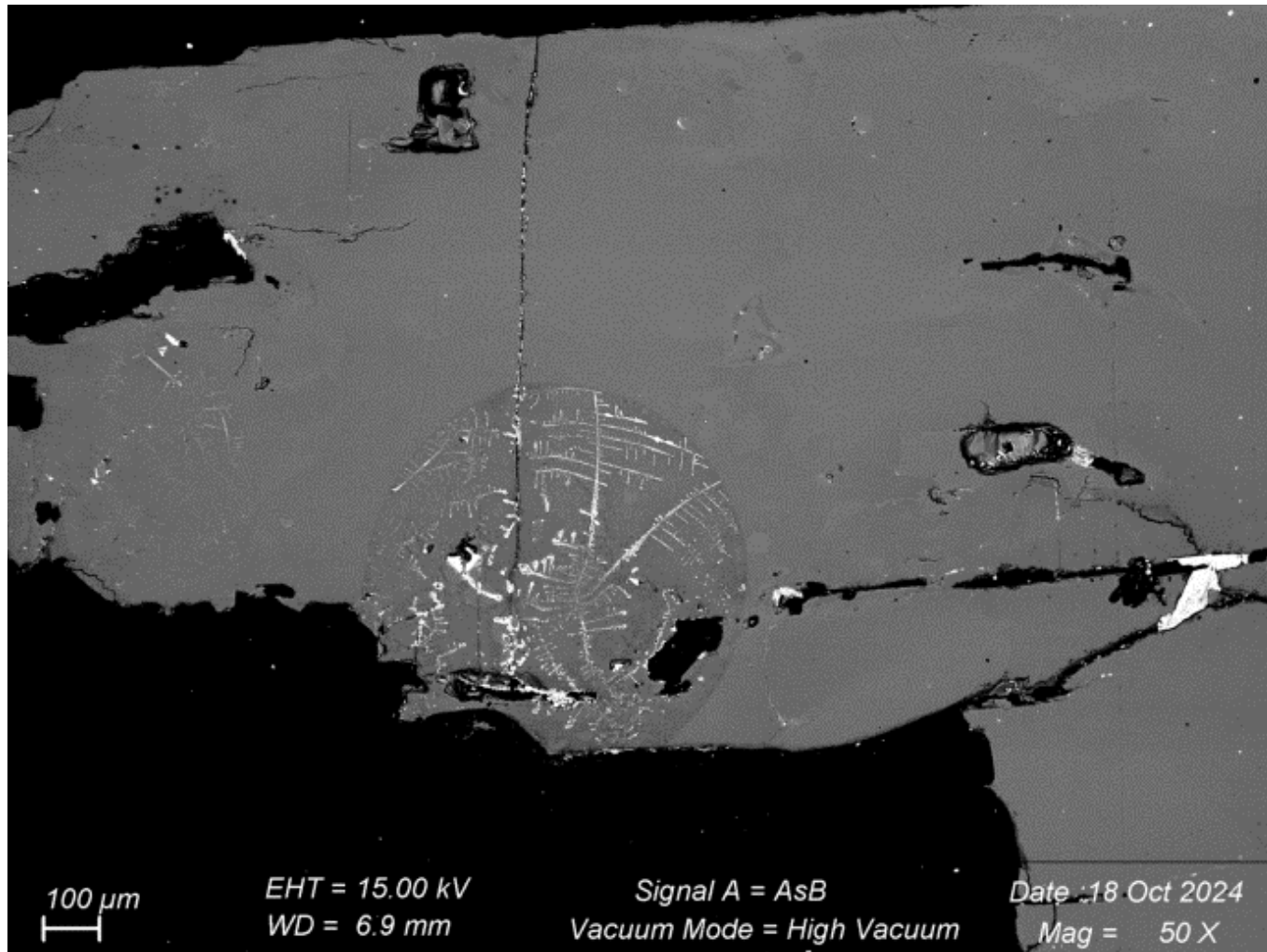


Image BSE.

Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Surface sale de l'échantillon (présence de produit de polissage ou de poussières, sels, KCl, liés aux traces de doigts ou à des postillons).

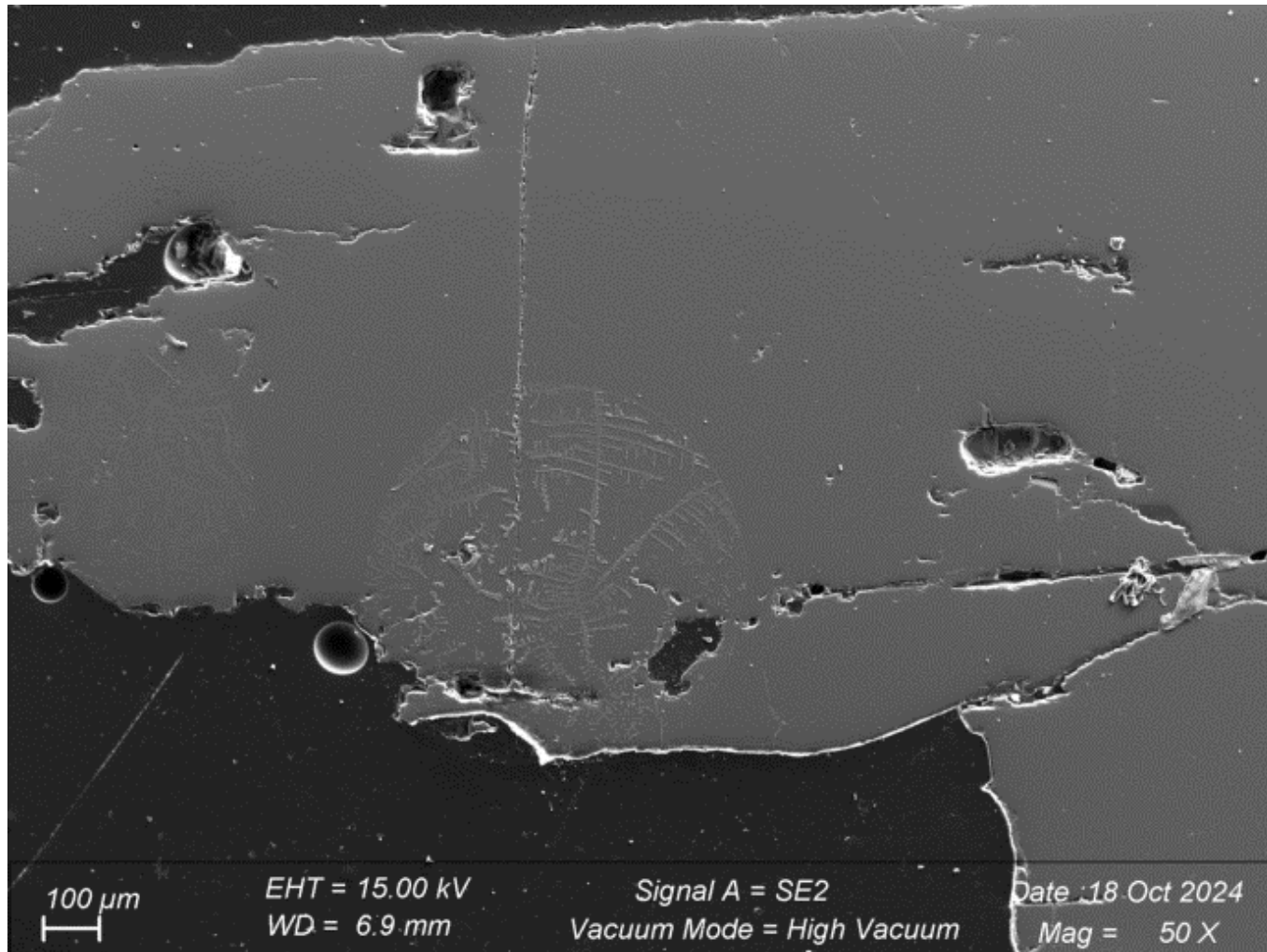
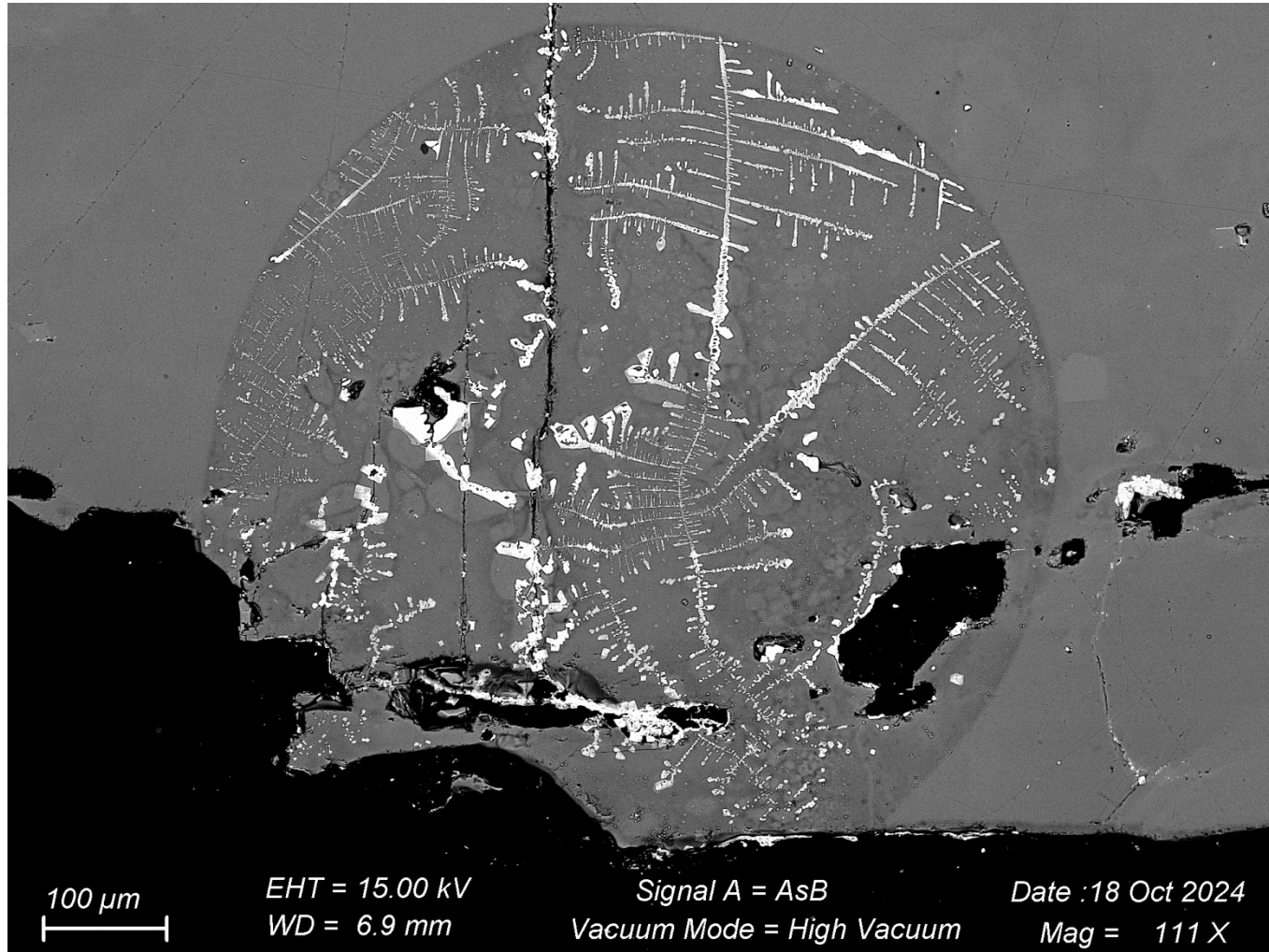


Image SE.

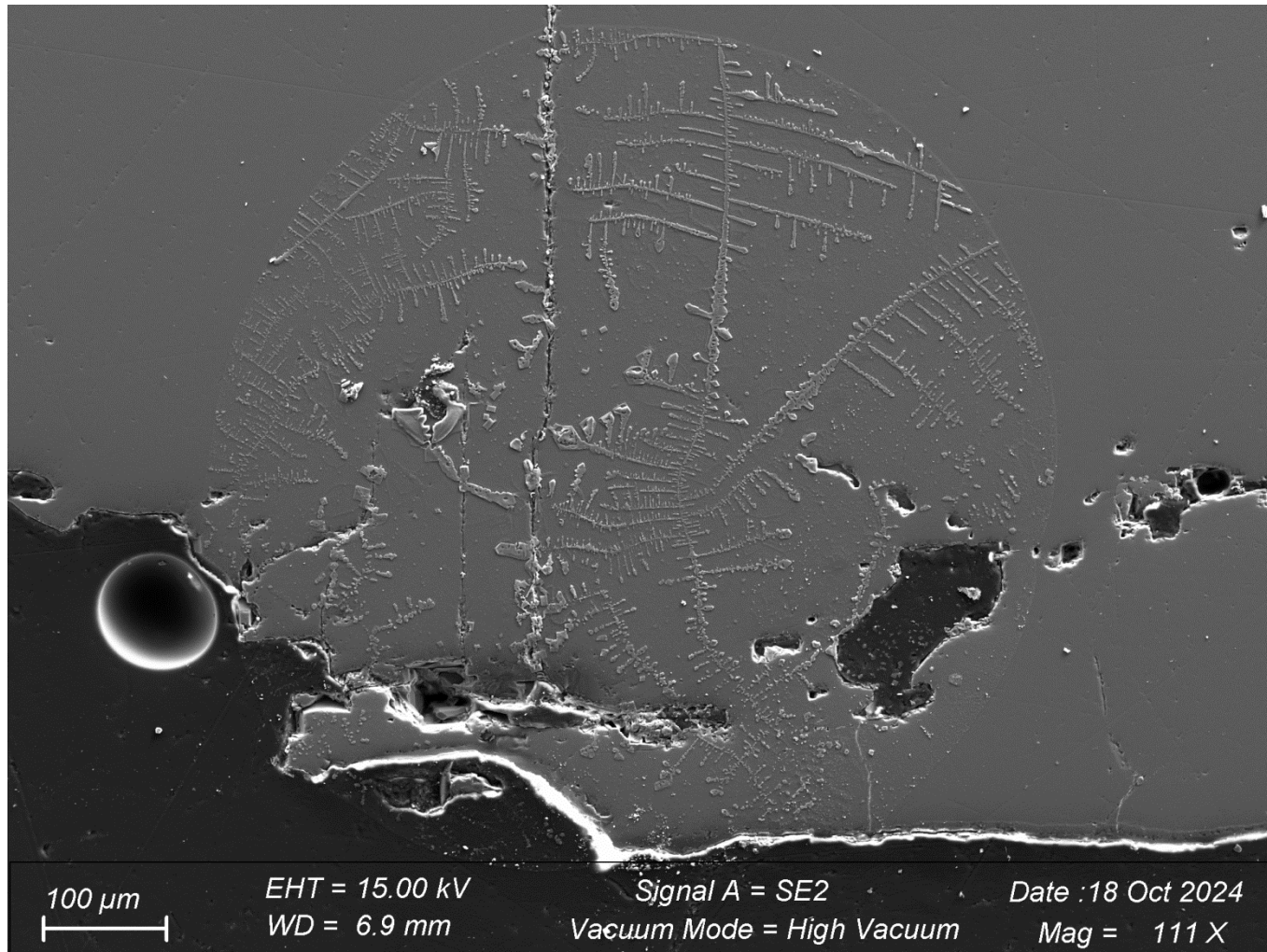
Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Surface sale de l'échantillon (présence de produit de polissage ou de poussières, sels, KCl, liés aux traces de doigts ou à des postillons).



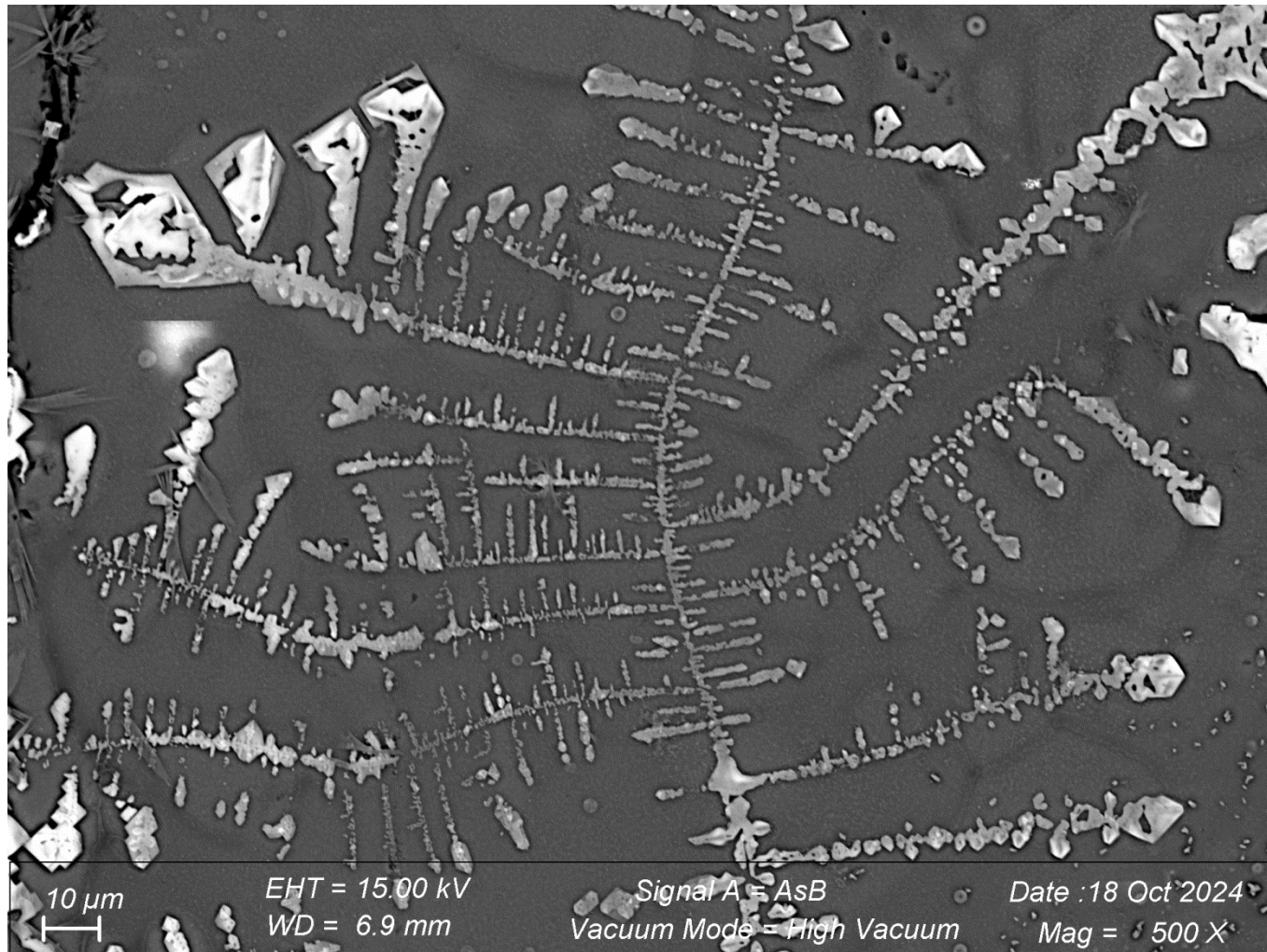
Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Surface sale de l'échantillon (présence de produit de polissage ou de poussières, sels, KCl, liés aux traces de doigts ou à des postillons).



Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Surface sale de l'échantillon (présence de produit de polissage ou de poussières, sels, KCl, liés aux traces de doigts ou à des postillons).



Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Surface sale de l'échantillon (présence de produit de polissage ou de poussières, sels, KCl, liés aux traces de doigts ou à des postillons).

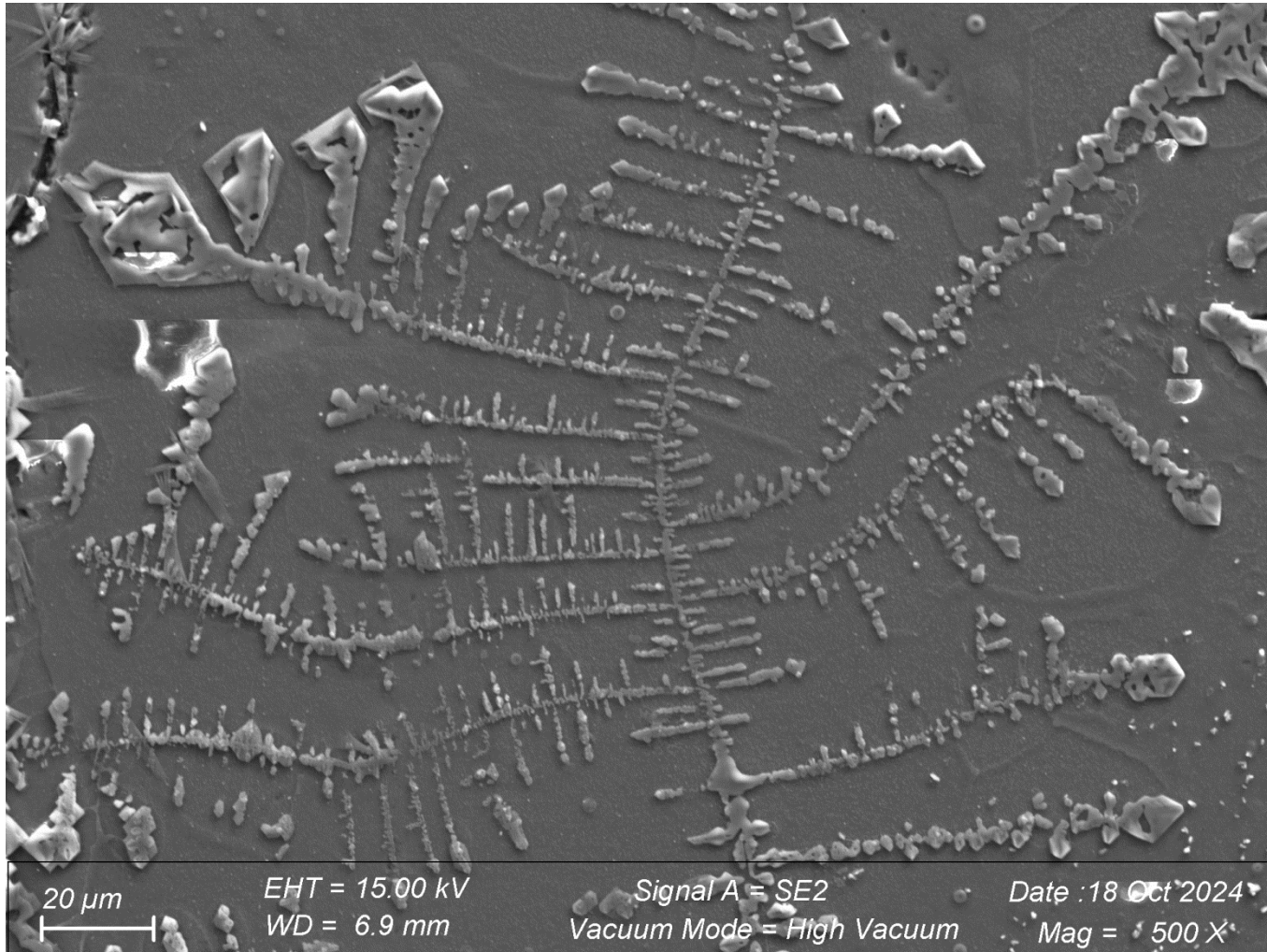


Image SE.

Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Surface sale de l'échantillon (présence de produit de polissage ou de poussières, sels, KCl, liés aux traces de doigts ou à des postillons).

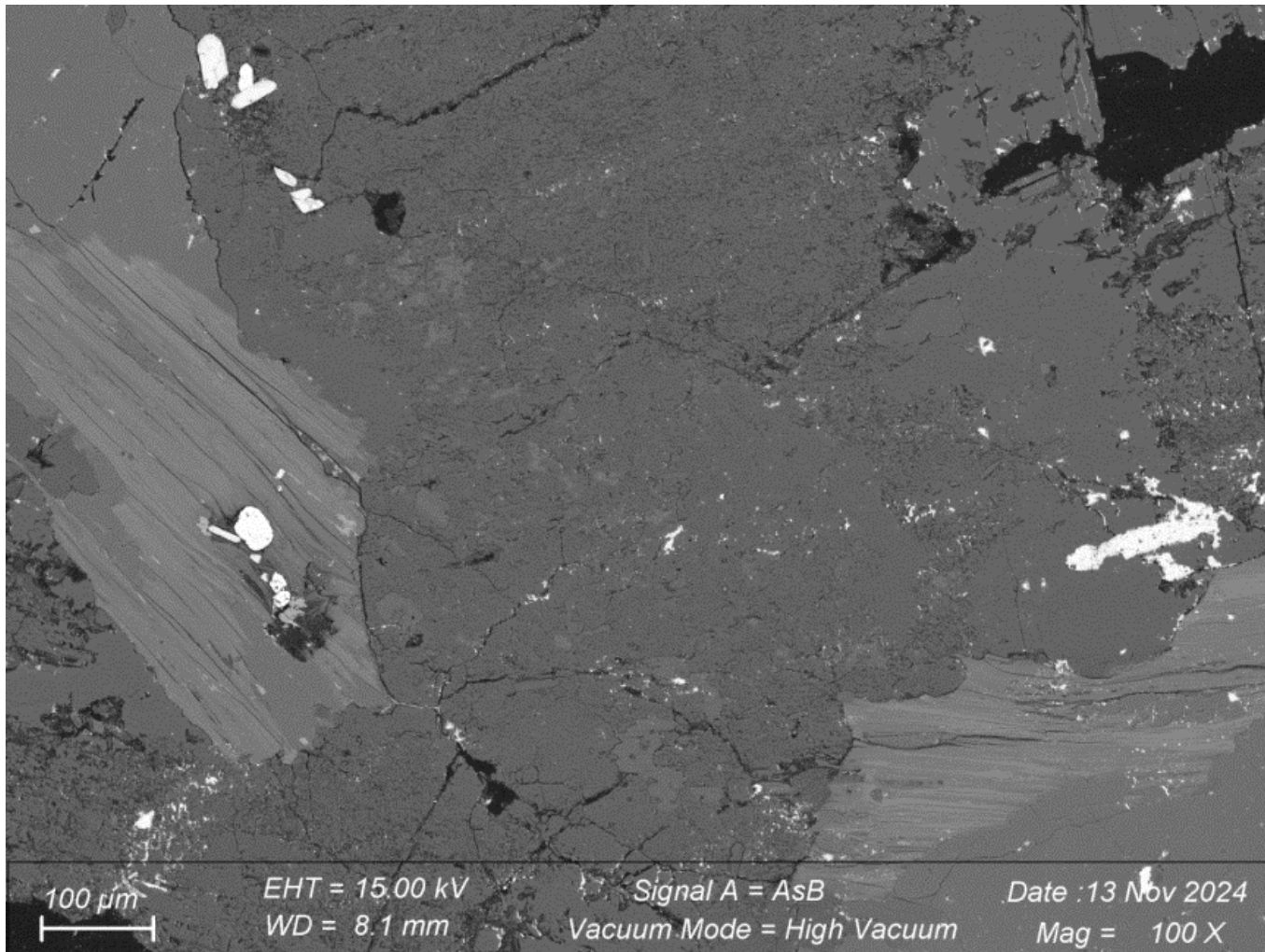


Image BSE.

Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Surface sale de l'échantillon (présence de produit de polissage ou de poussières, sels, KCl, liés aux traces de doigts ou à des postillons).

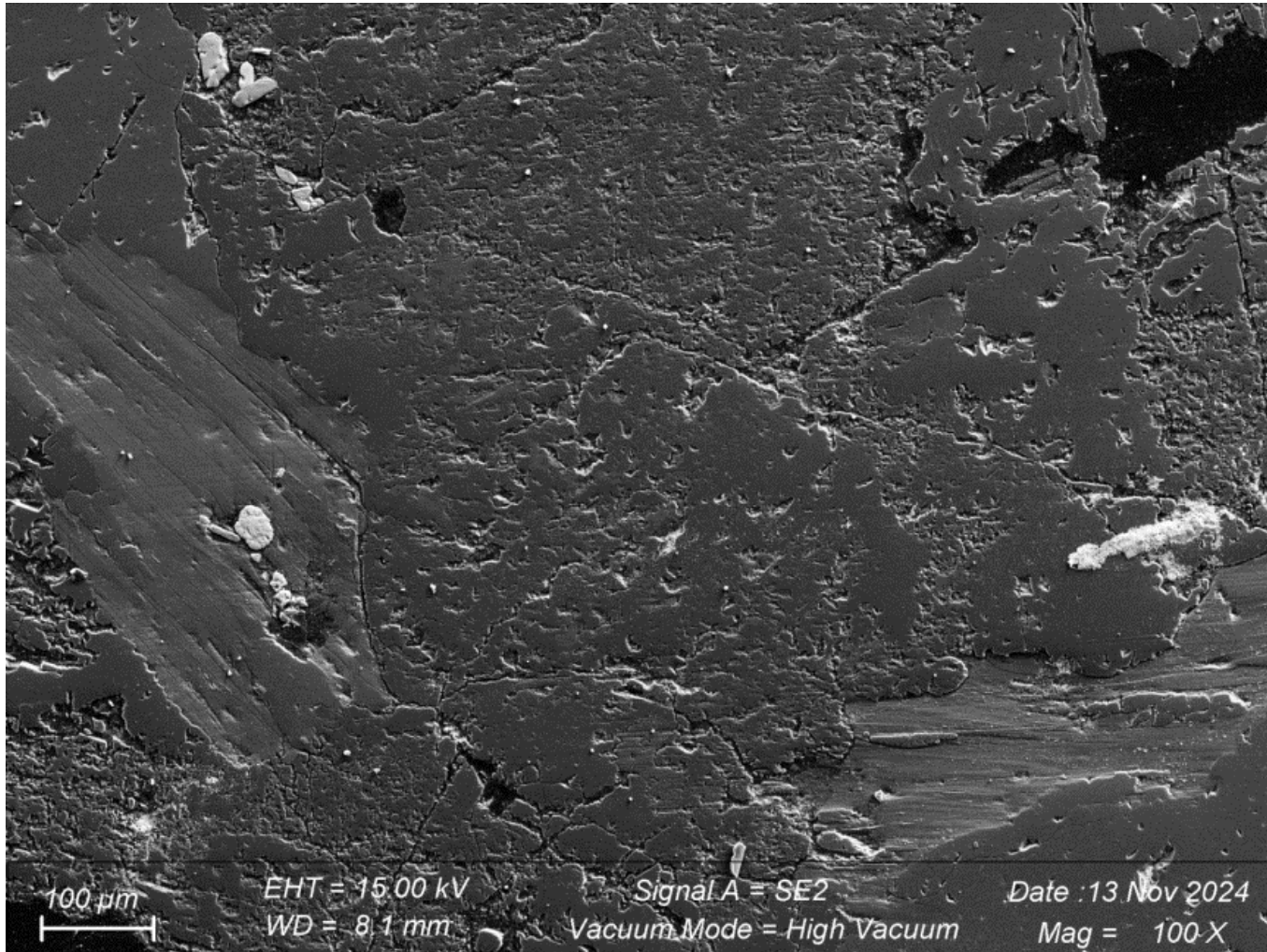
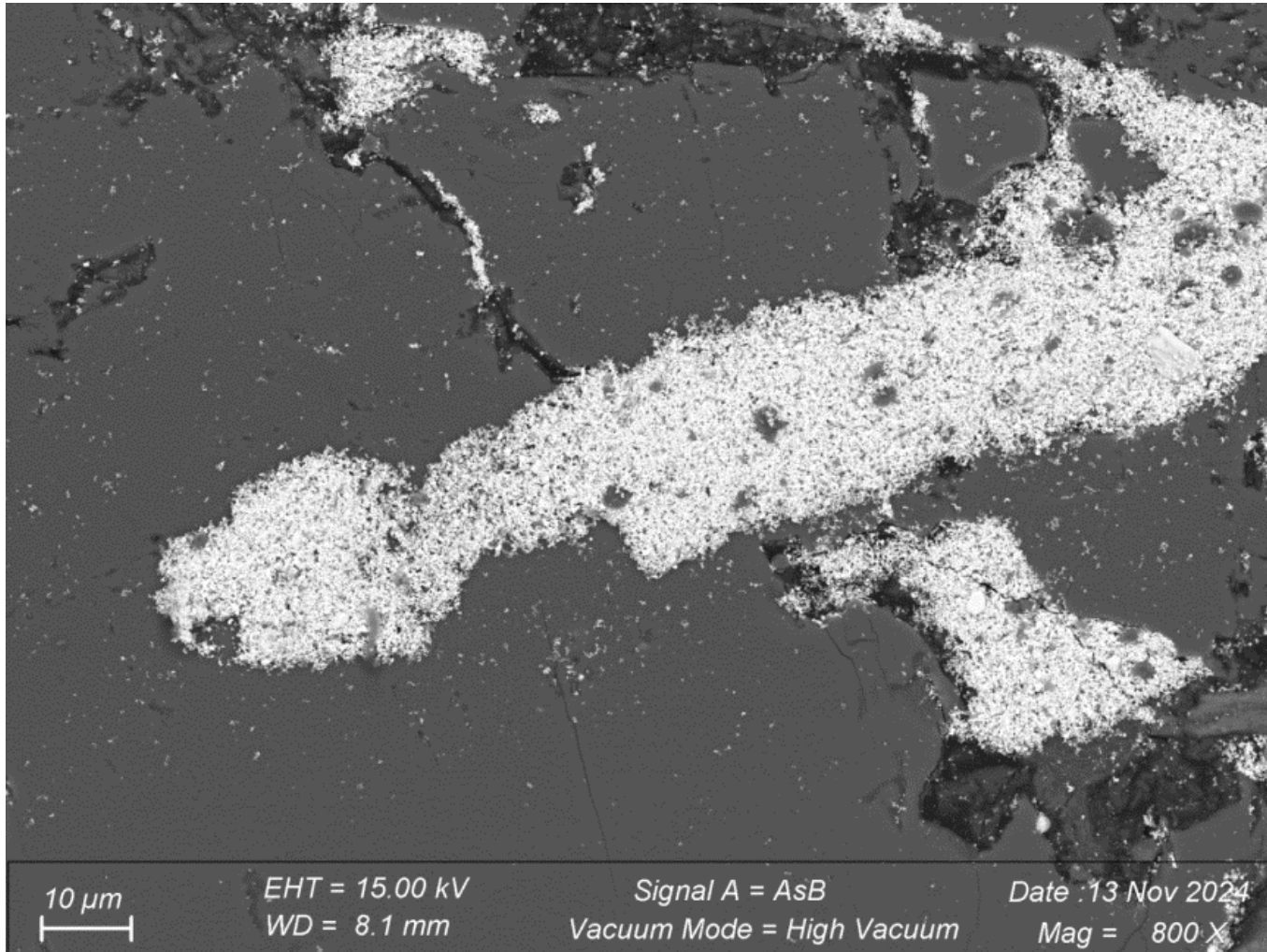


Image SE.

Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Surface sale de l'échantillon (présence de produit de polissage ou de poussières, sels, KCl, liés aux traces de doigts ou à des postillons).



Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Surface sale de l'échantillon (présence de produit de polissage ou de poussières, sels, KCl, liés aux traces de doigts ou à des postillons).

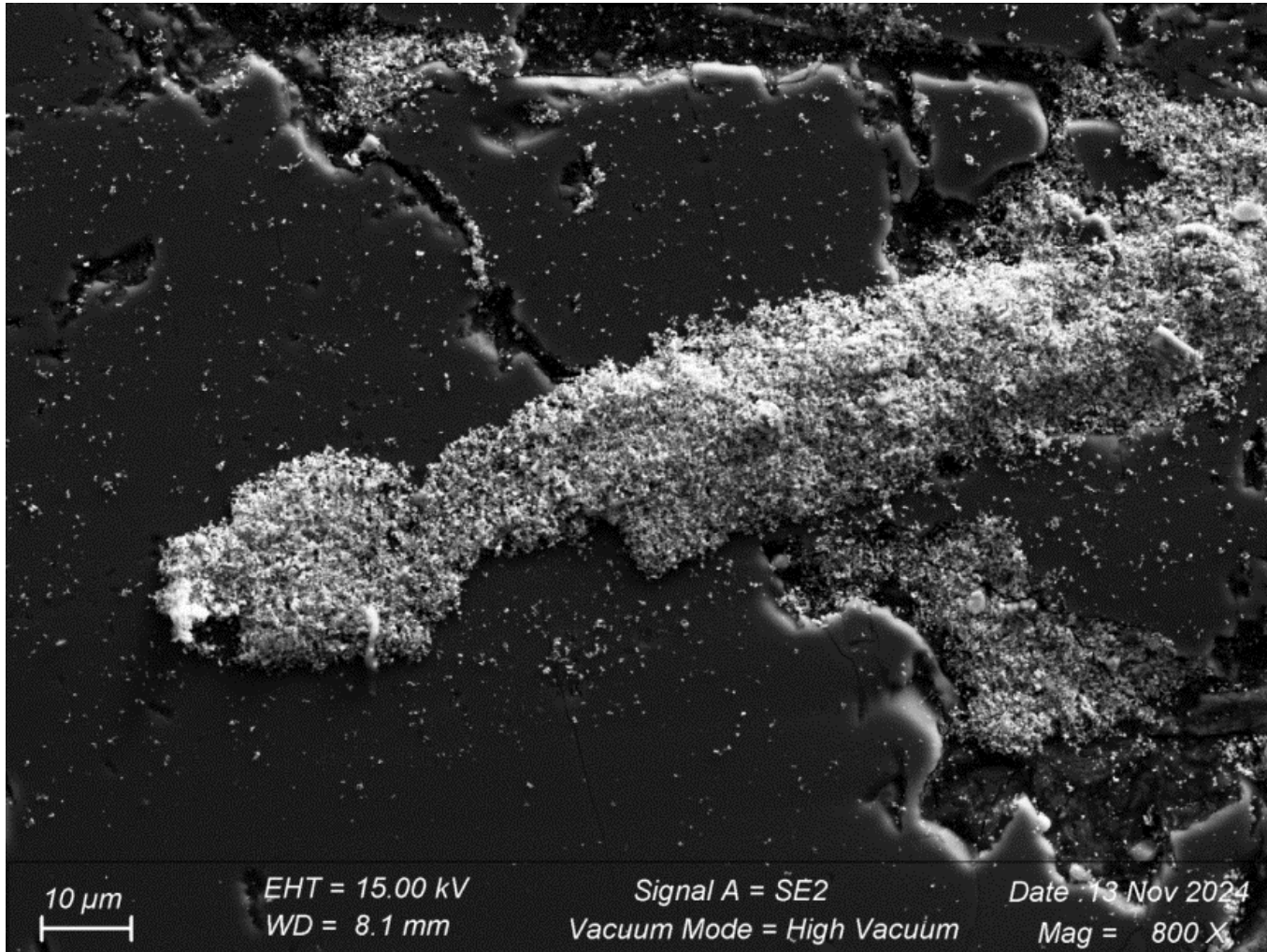


Image SE.

Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Problème lié à la métallisation.

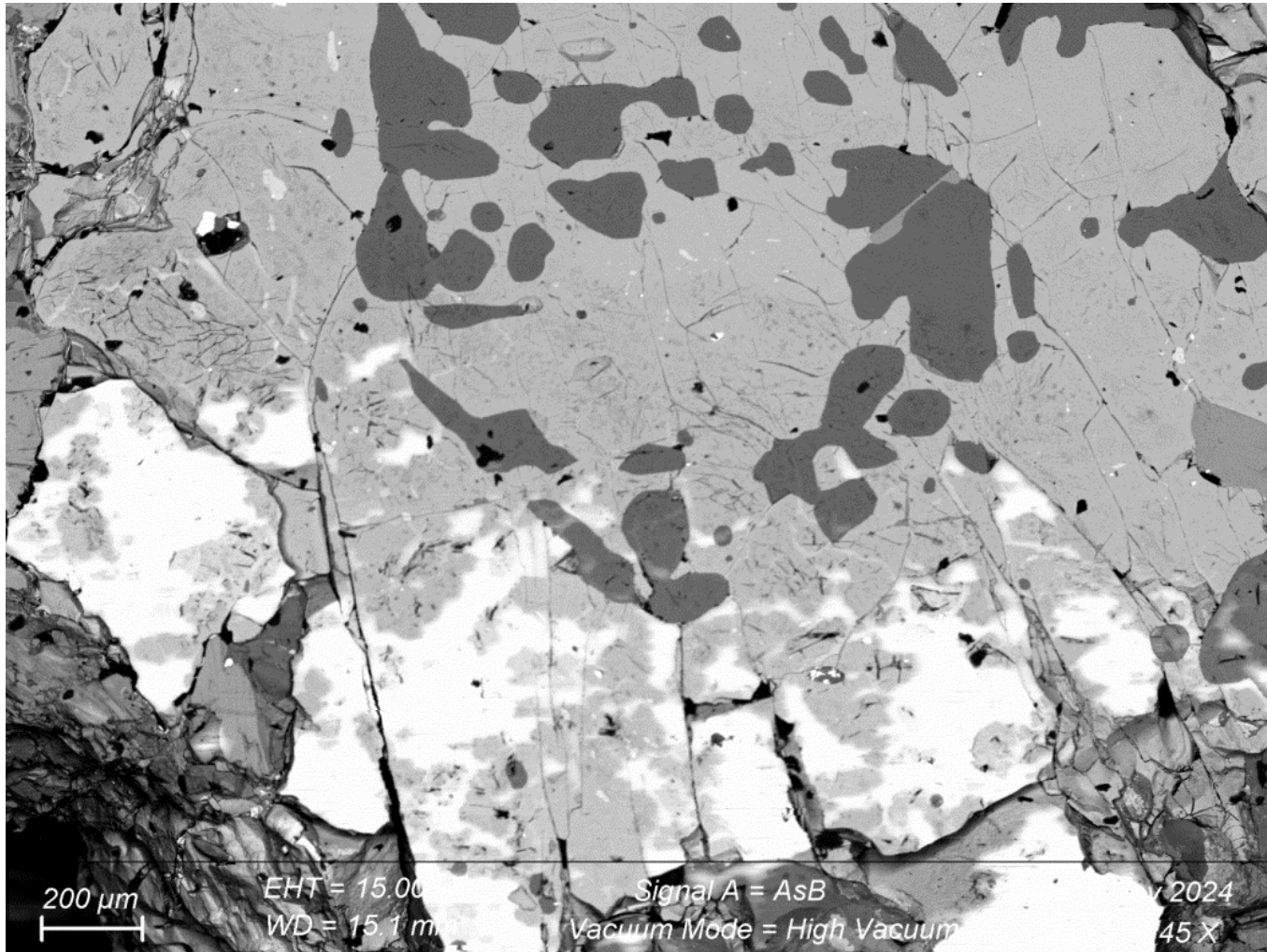


Image BSE.

Artéfacts liés à la préparation des échantillons

Problème lié à la métallisation.

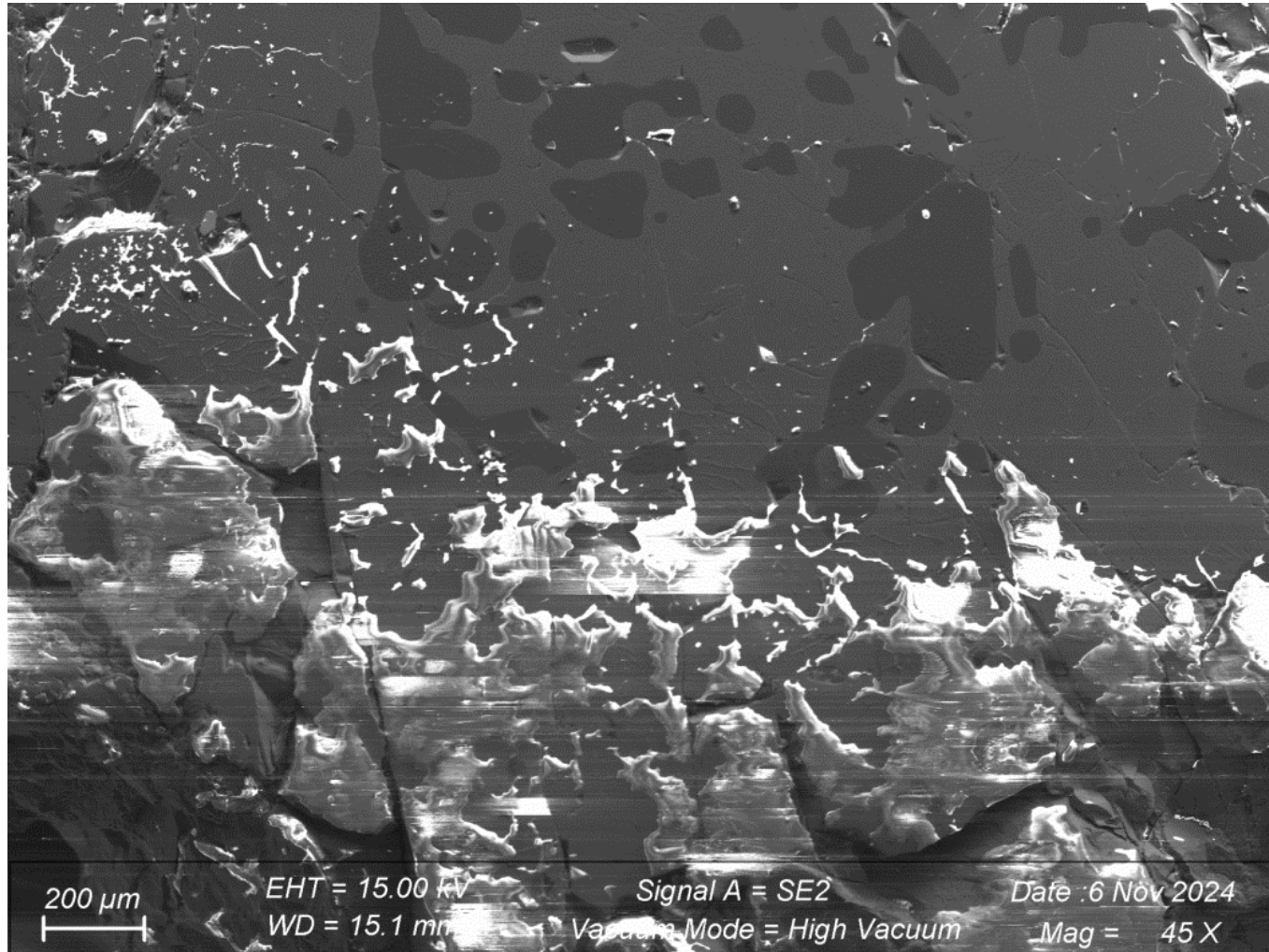
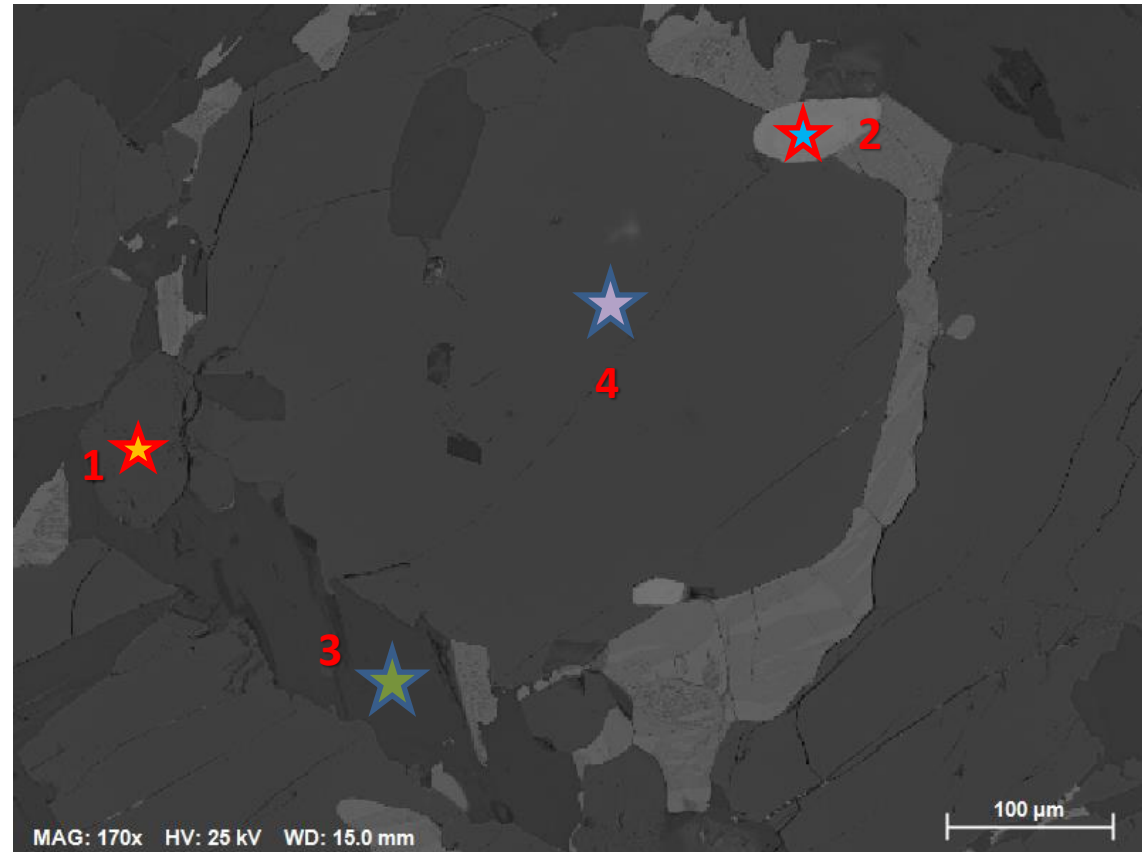
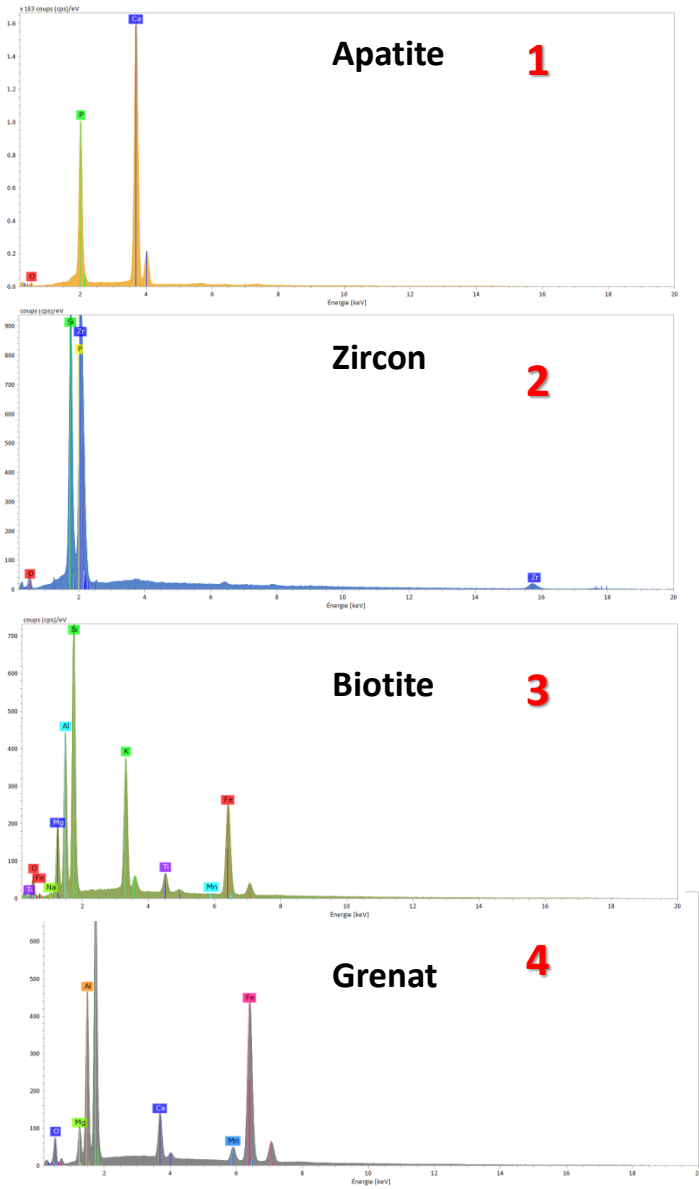


Image SE.

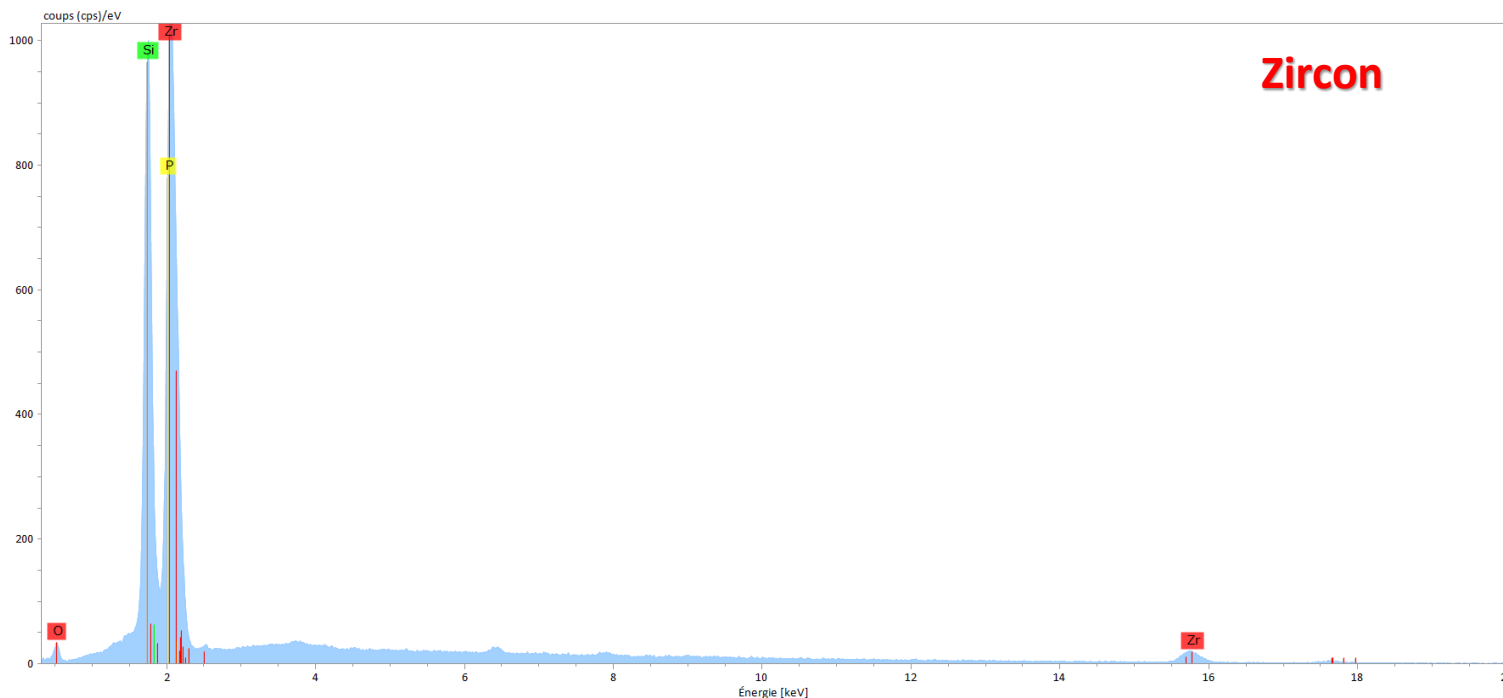
Cartographie de répartition des éléments chimiques : Problèmes d'interférences.



Roche métamorphique (Gneiss) à sillimanite et grenat.

Cartographie de répartition des éléments chimiques : Problèmes d'interférences

Choix des raies énergétiques les plus adaptées.



Zr L α = 2.042 KeV.

P K α = 2.013 KeV.

Différence en dessous de la résolution de notre détecteur : 125 eV.

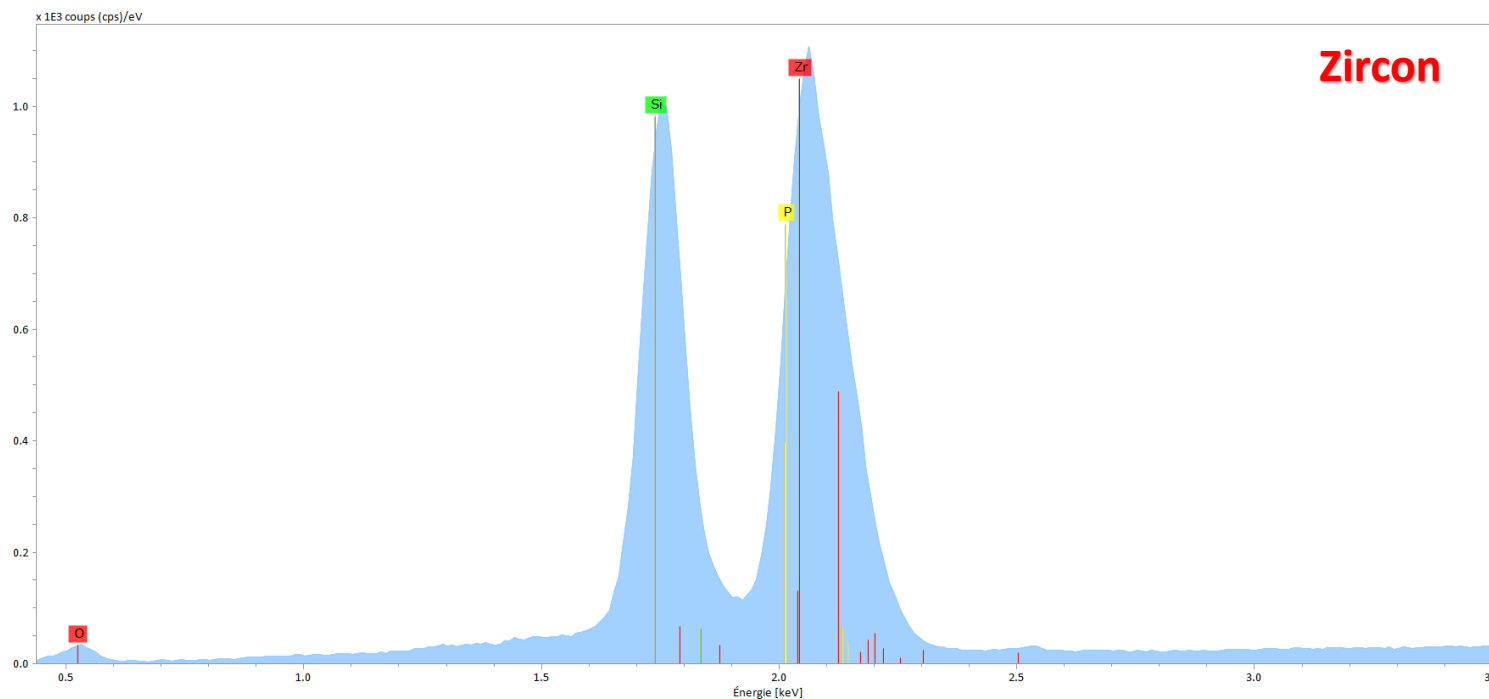
Zr K α = 16.575 KeV est plus adaptée pour avoir une cartographie de répartition du Zr.

La tension d'accélération des électrons doit être adaptée pour pouvoir exciter la raie K α du Zr.

Pour ce cas précis le tension d'accélération est de 25 KV.

Cartographie de répartition des éléments chimiques : Problèmes d'interférences

Choix des raies énergétiques les plus adaptées.



Zr L α = 2.042 KeV.

P K α = 2.013 KeV.

Différence en dessous de la résolution de notre détecteur : 125 eV.

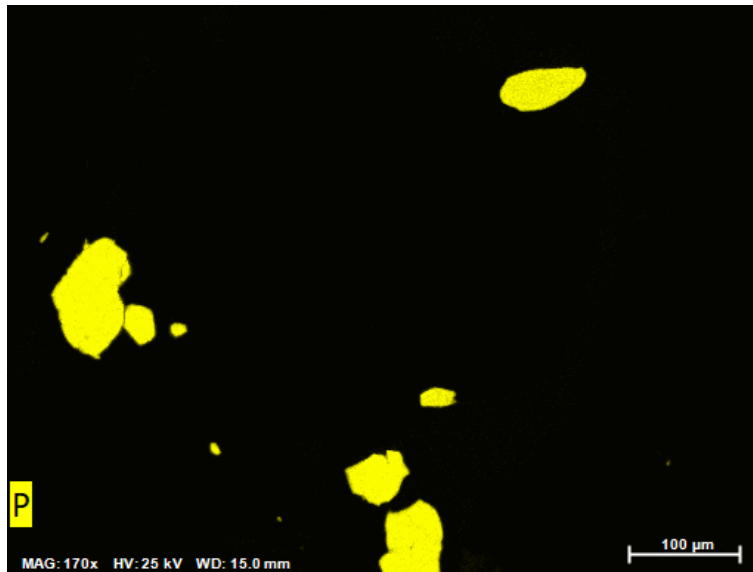
Zr K α = 16.575 KeV est plus adaptée pour avoir une cartographie de répartition du Zr.

La tension d'accélération des électrons doit être adaptée pour pouvoir exciter la raie K α du Zr.

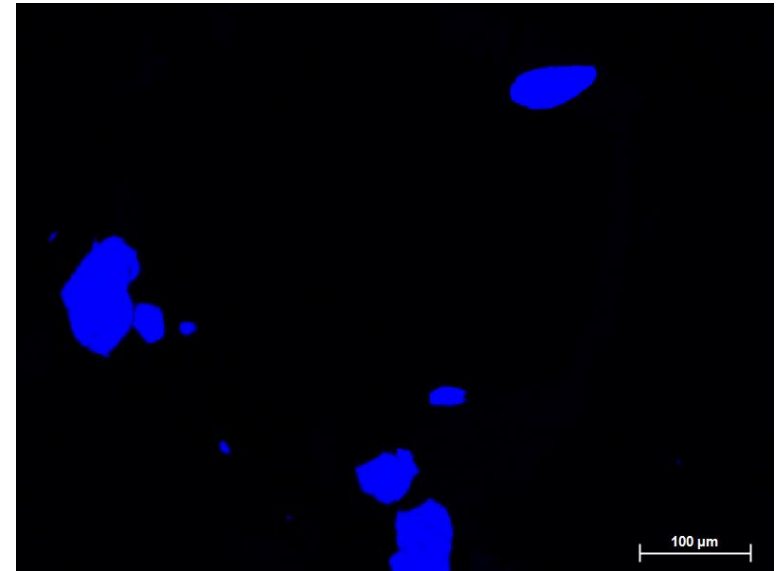
Pour ce cas précis la tension d'accélération est de 25 KV.

Cartographie de répartition des éléments chimiques : Problèmes d'interférences.

P K α



Zr L α



Zr K α

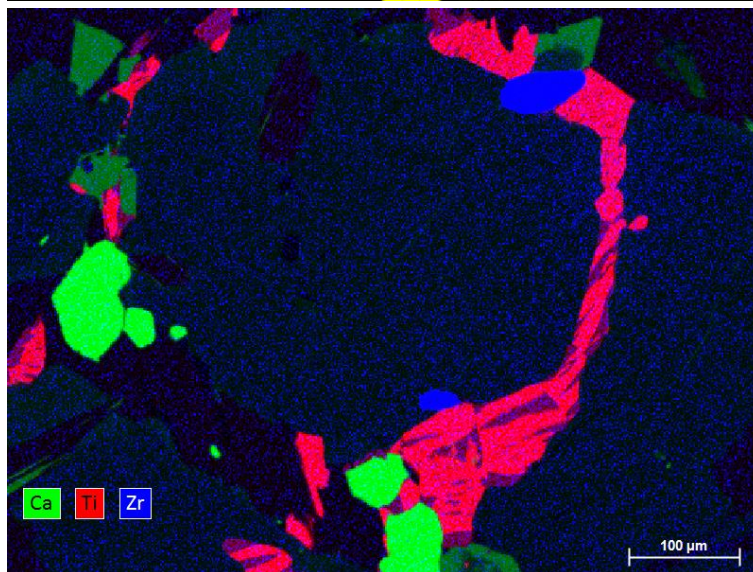
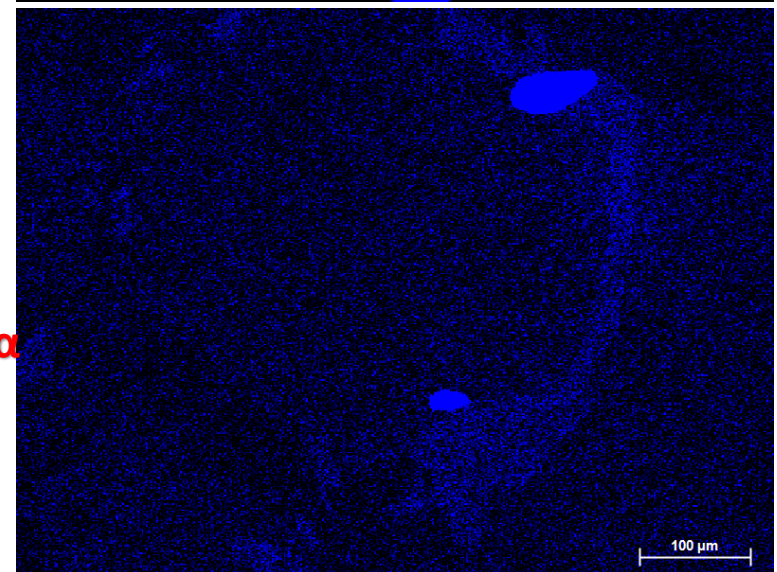


Image composite Ca Ti ZrK α

HV = 25 KV

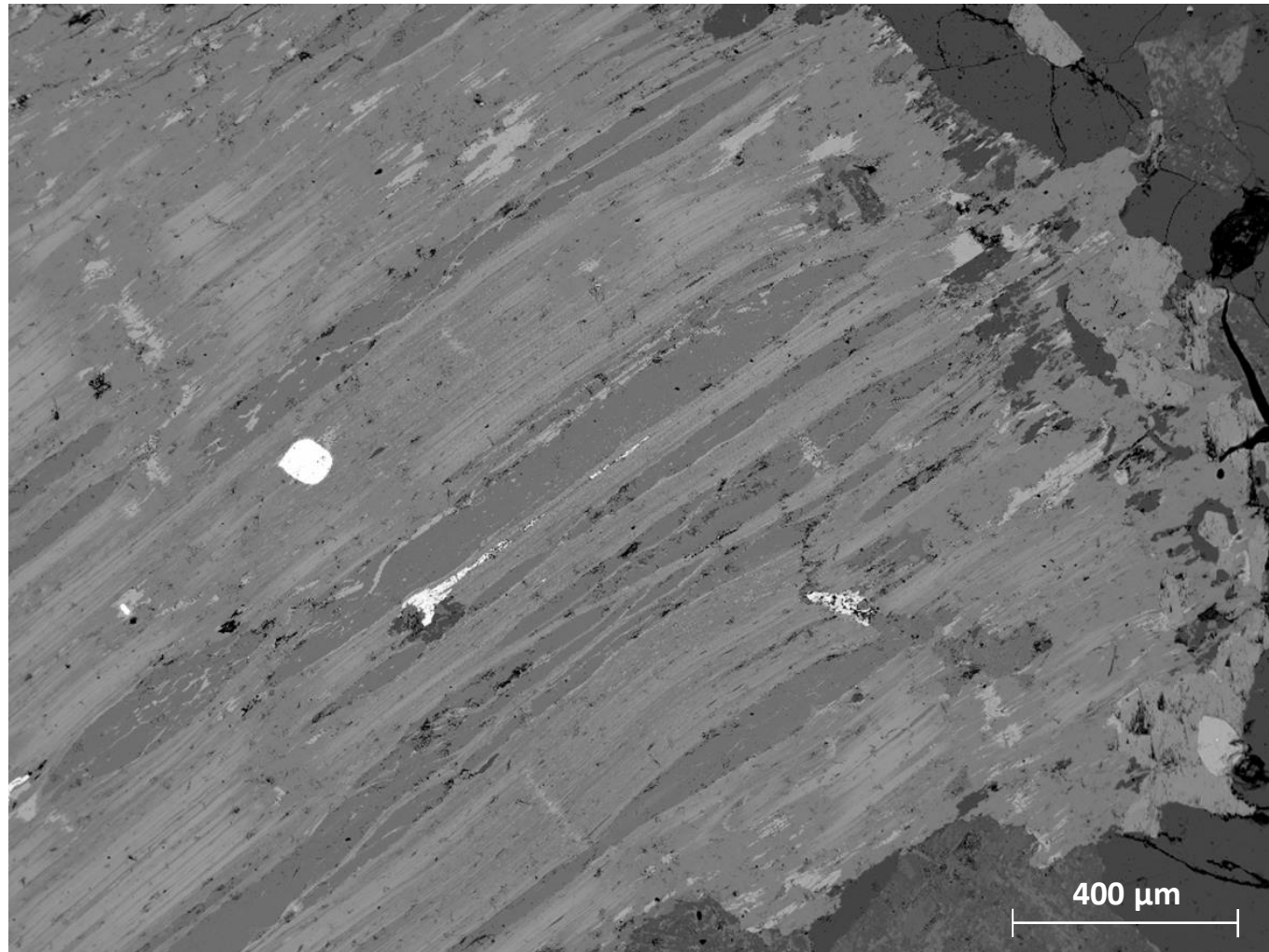
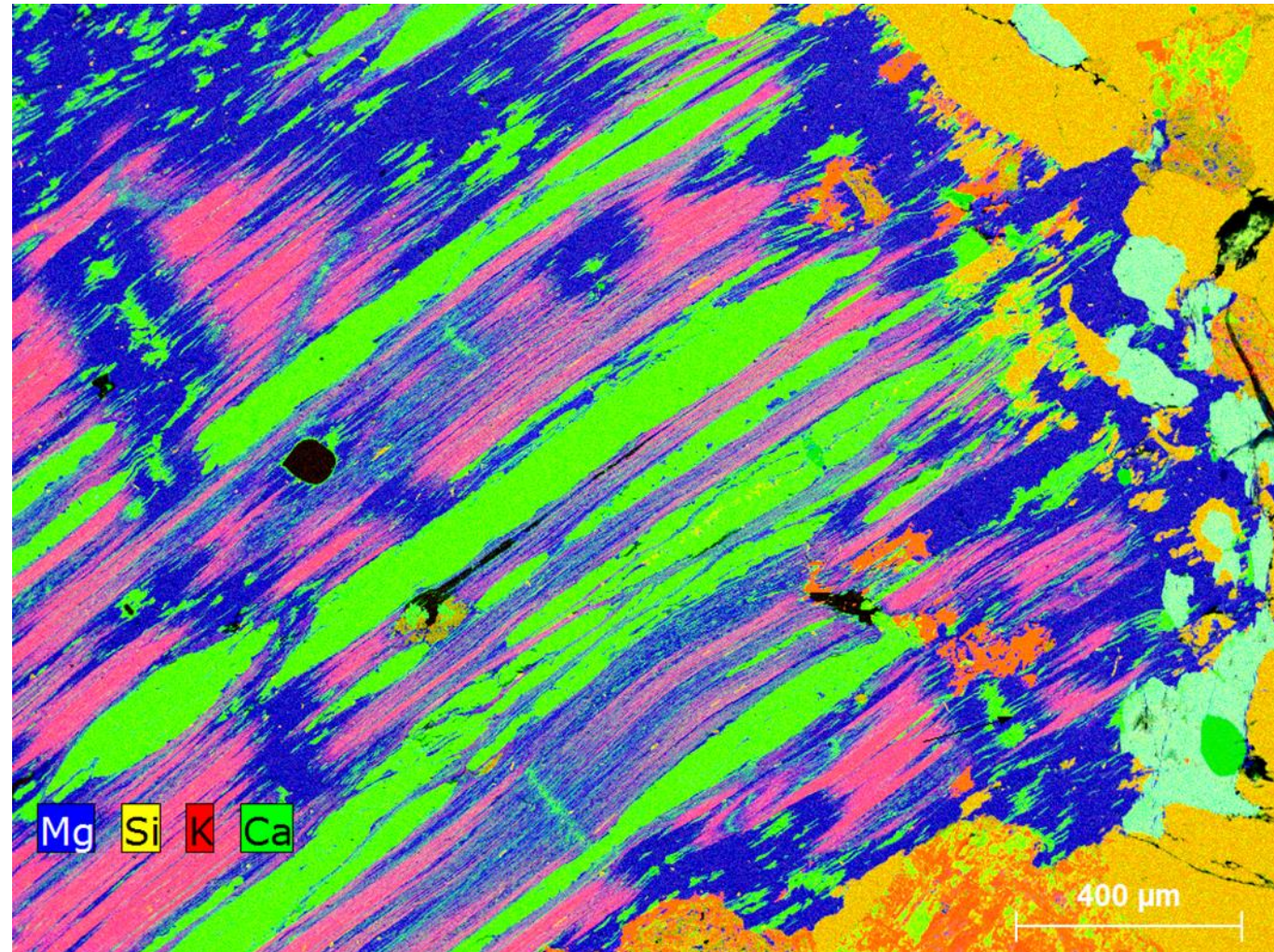


Image BSE d'un cristal de biotite en cours de transformation.

Métagranite de la zone axiale des Pyrénées (pluton de Bielsa).

Airaghi et al 2021.

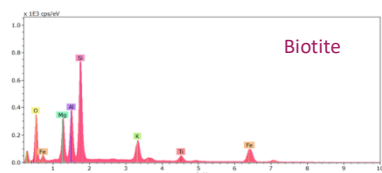
Cartographie de
répartition
des éléments chimiques:
Image Composite de
Mg, Si, K et Al.



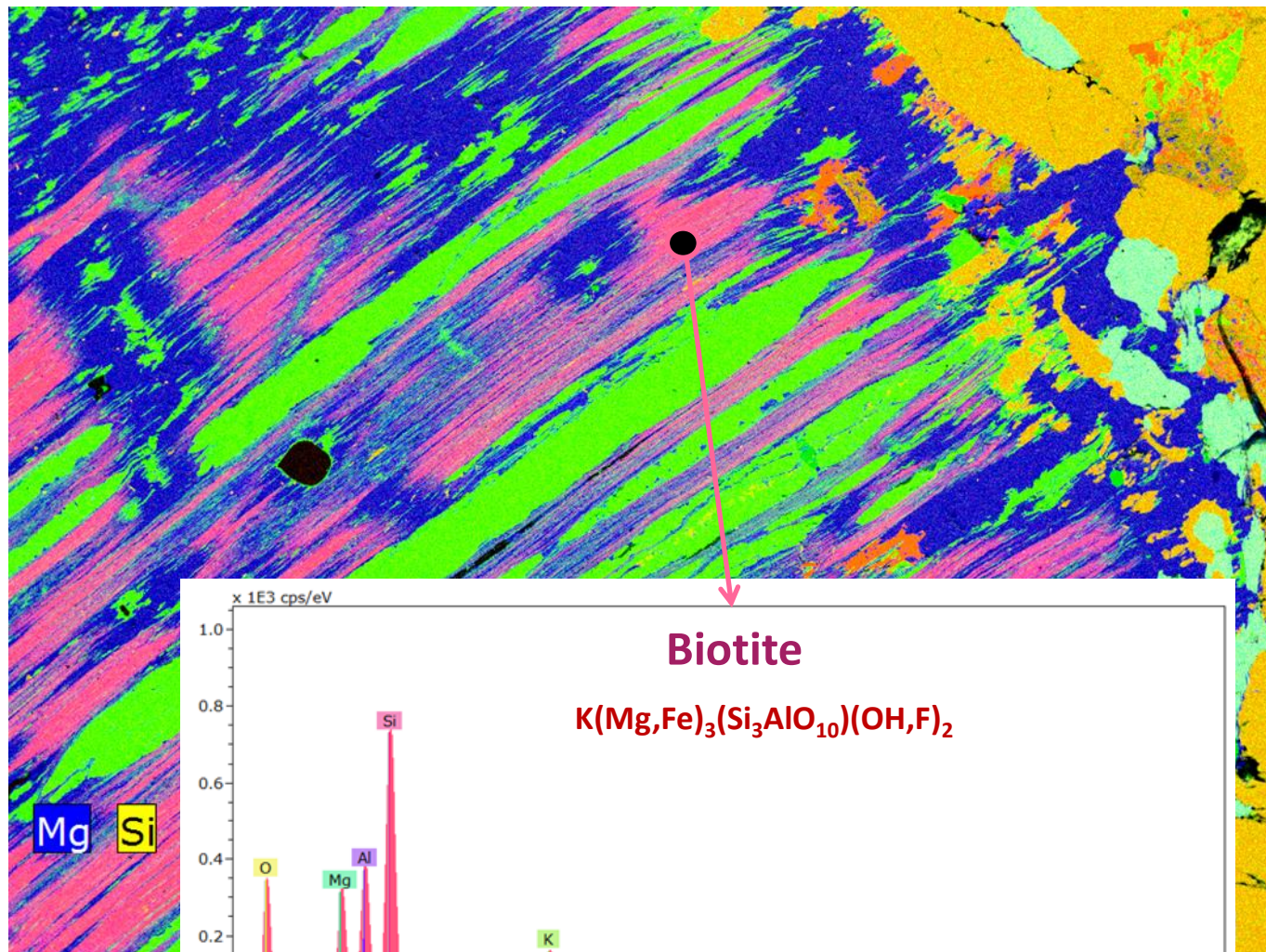
Métagranite de la zone axiale des Pyrénées (pluton de Bielsa).

Airaghi et al 2021.

Caractérisation d'une roche métamorphique



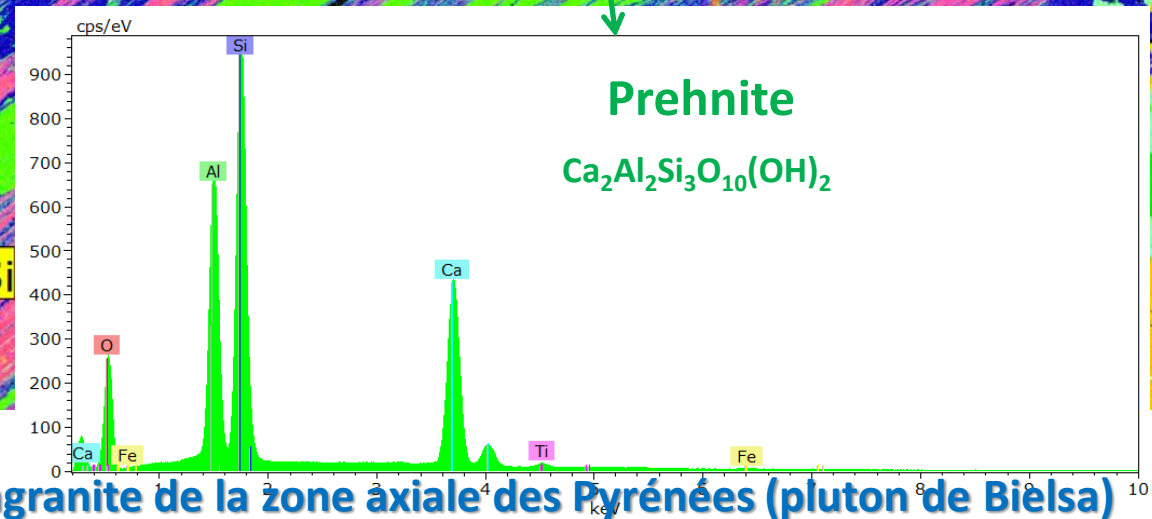
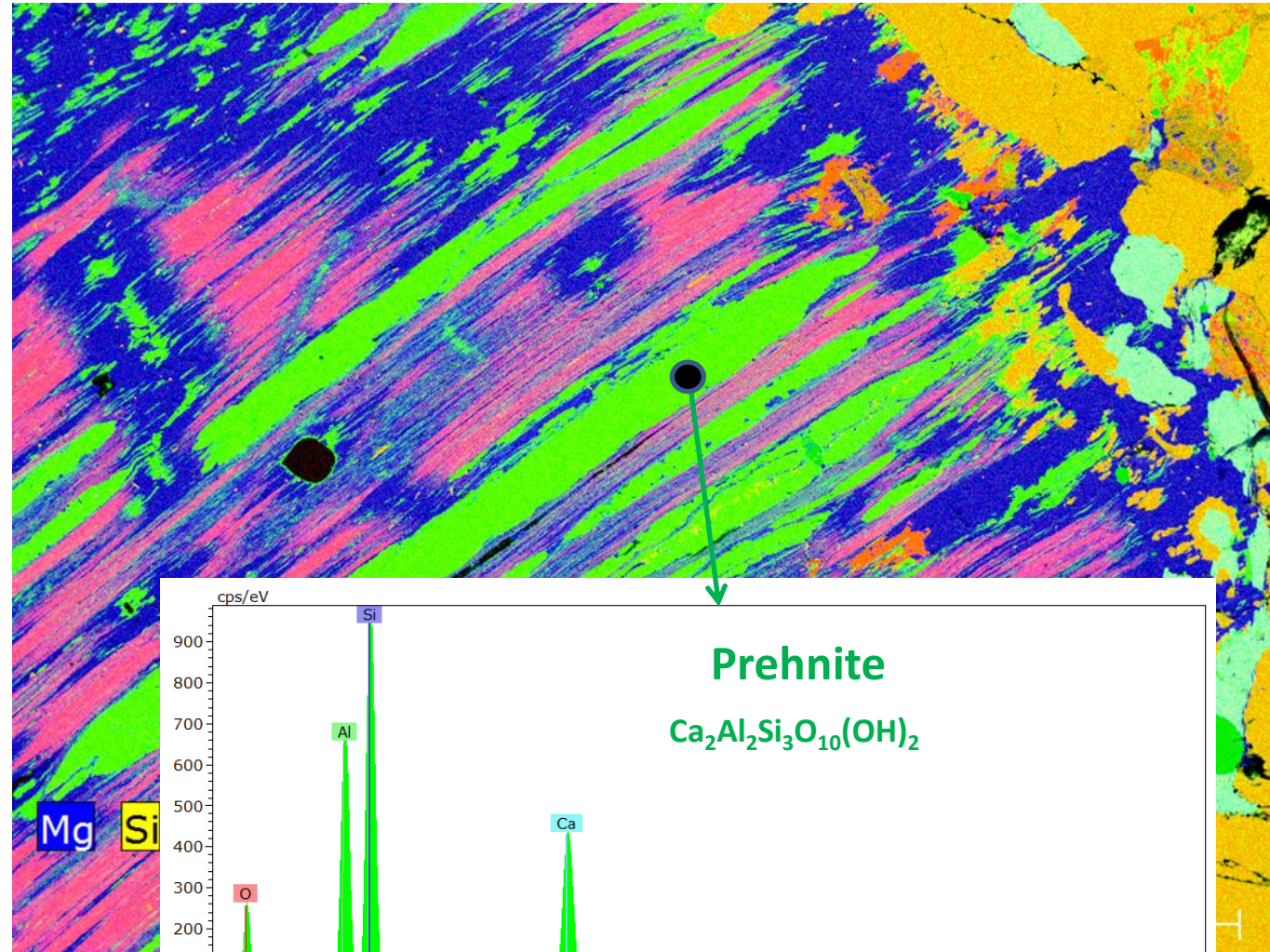
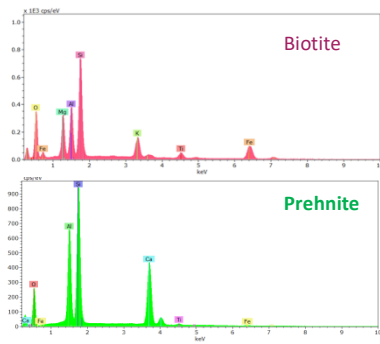
Cartographie de
répartition
des éléments chimiques:
Image Composite de
Mg, Si, K et Al.



Métagranite de la zone axiale des Pyrénées (pluton de Bielsa).

Airaghi et al 2021.

Caractérisation d'une roche métamorphique



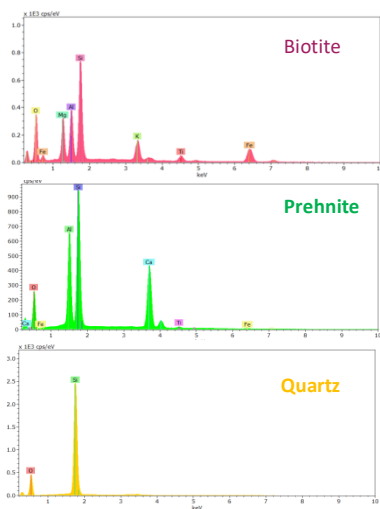
Prehnite
 $\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

Métagranite de la zone axiale des Pyrénées (pluton de Bielsa)

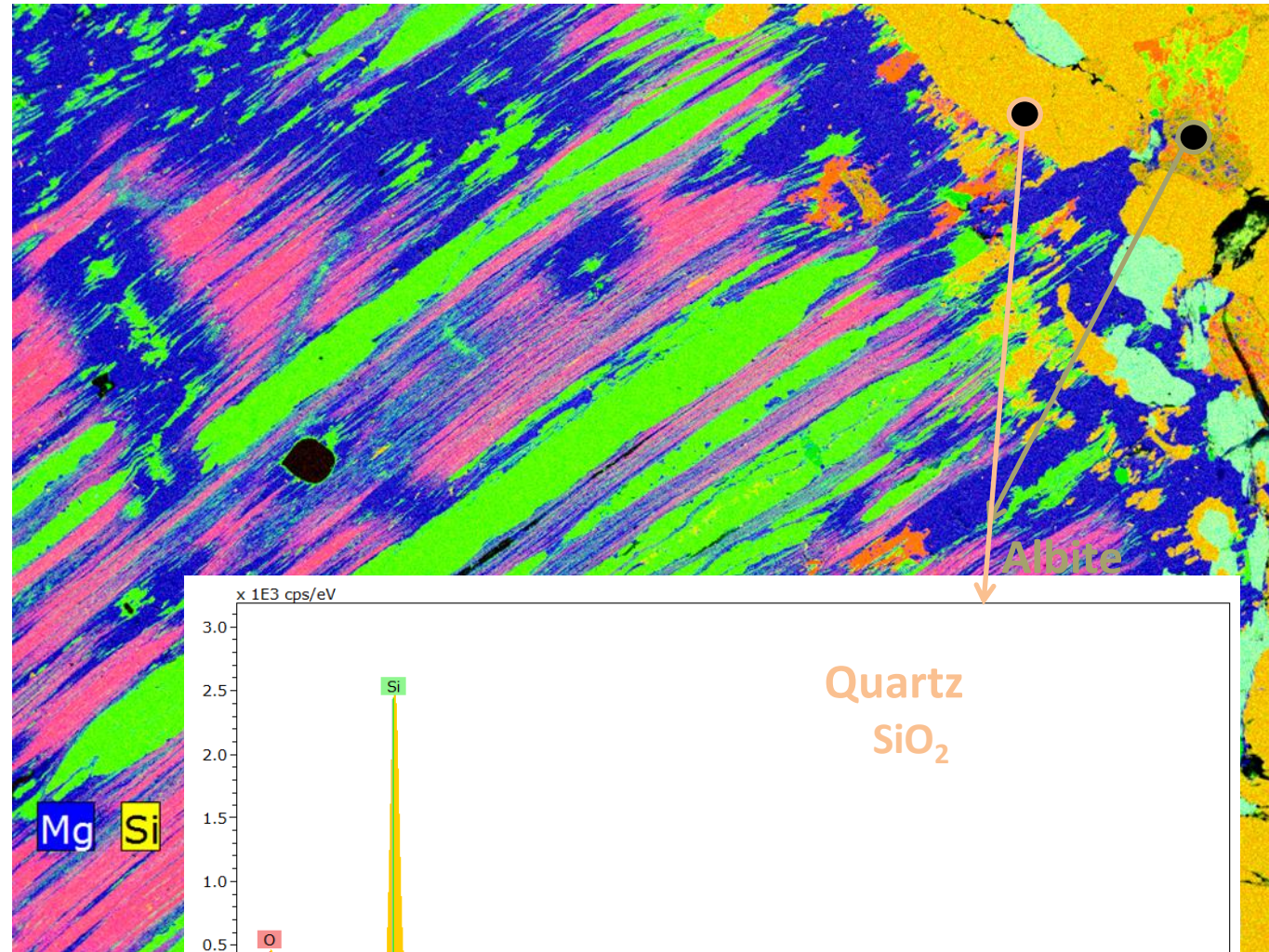
Airaghi et al 2021.

Cartographie de
répartition
des éléments chimiques:
Image Composite de
Mg, Si, K et Al.

Caractérisation d'une roche métamorphique



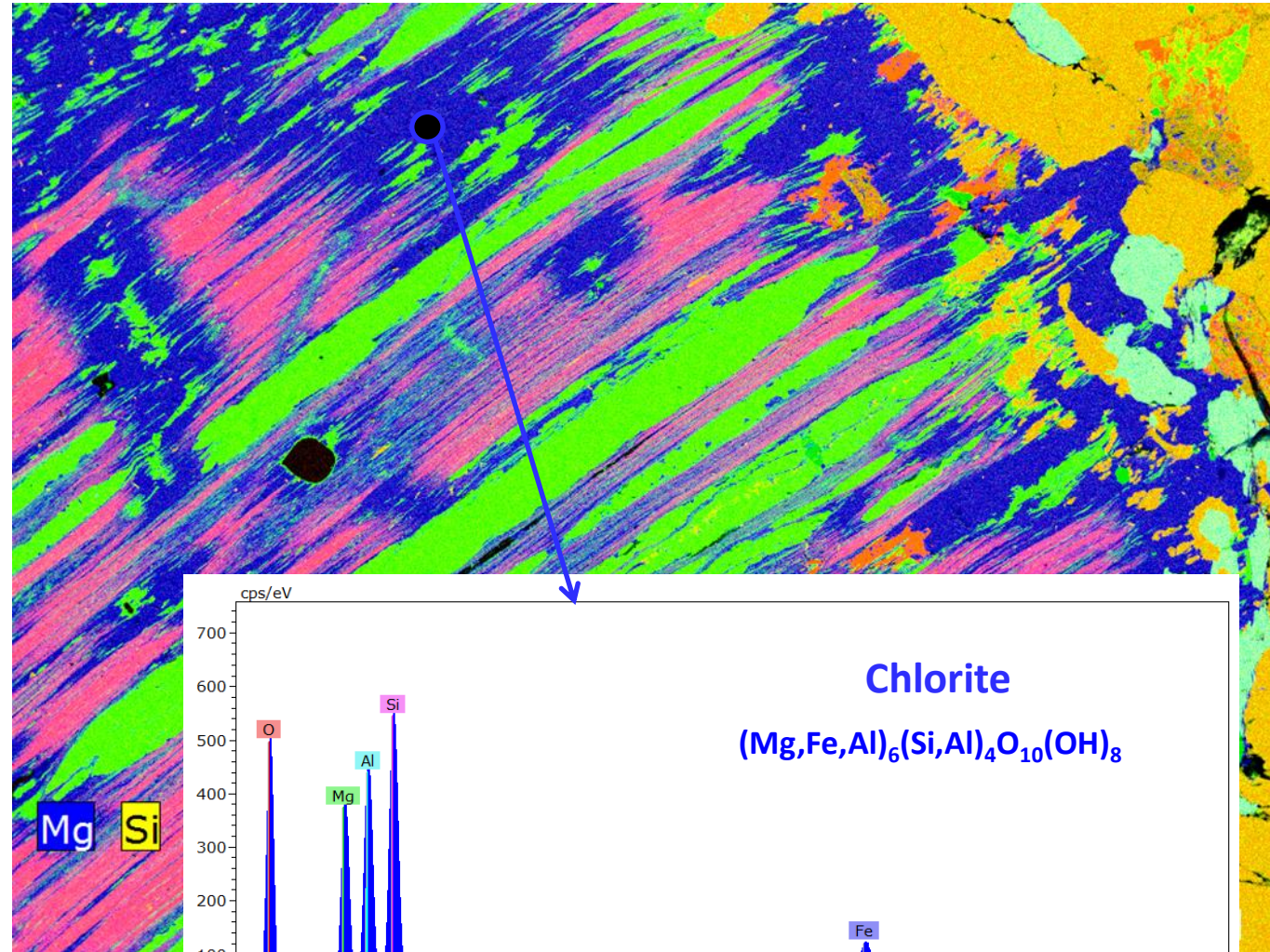
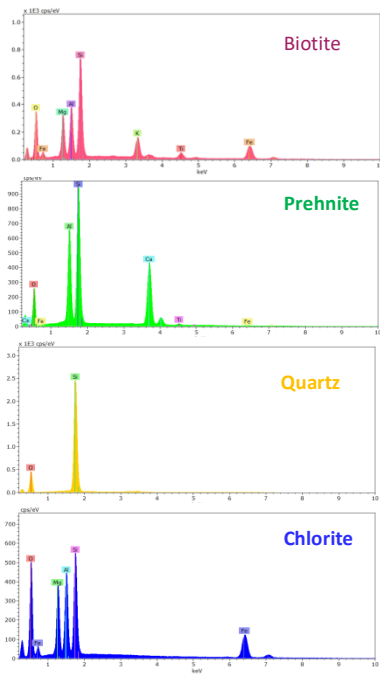
Cartographie de
répartition
des éléments chimiques:
Image Composite de
Mg, Si, K et Al.



Métagranite de la zone axiale des Pyrénées (pluton de Bielsa)

Airaghi et al 2021.

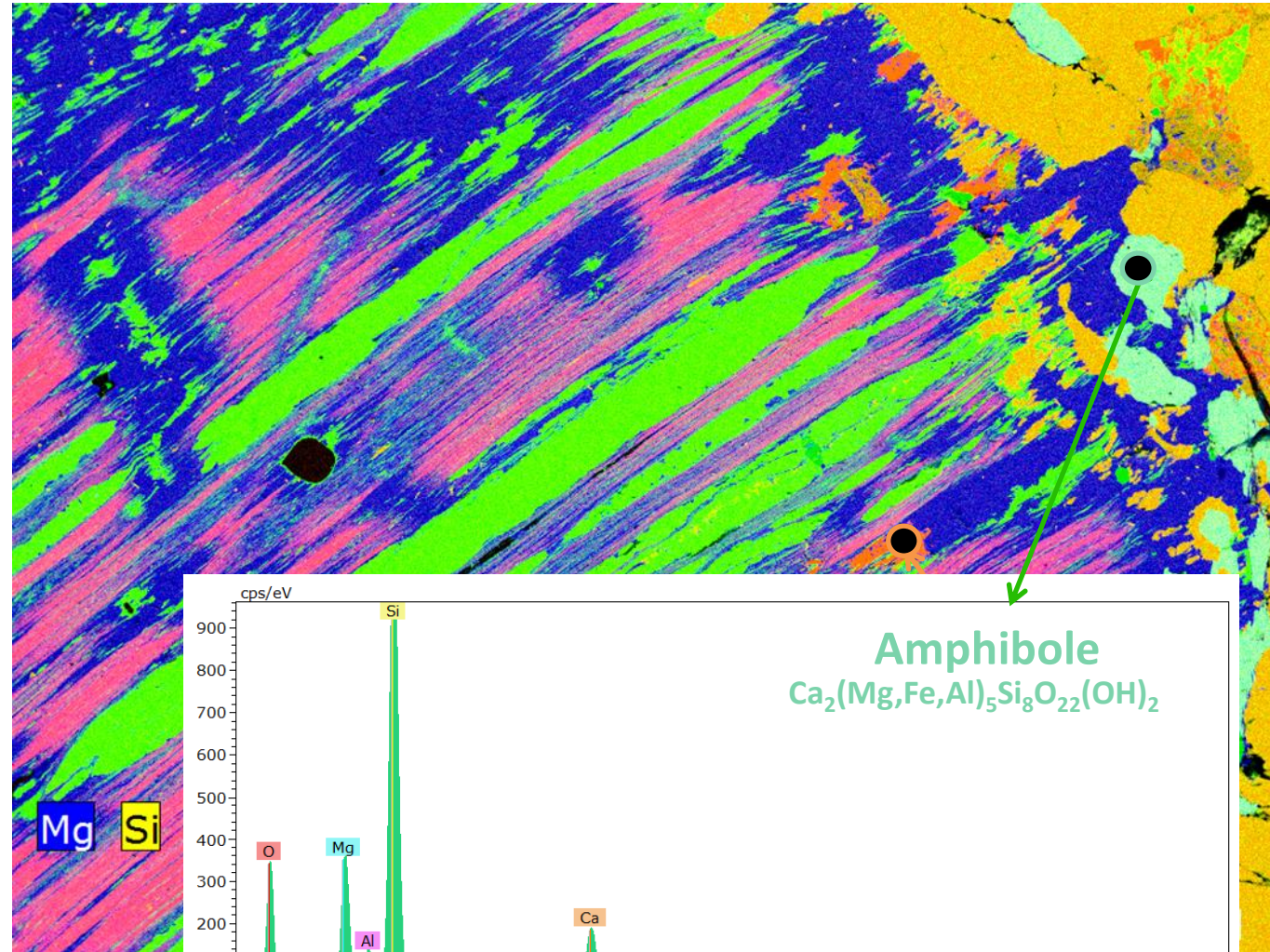
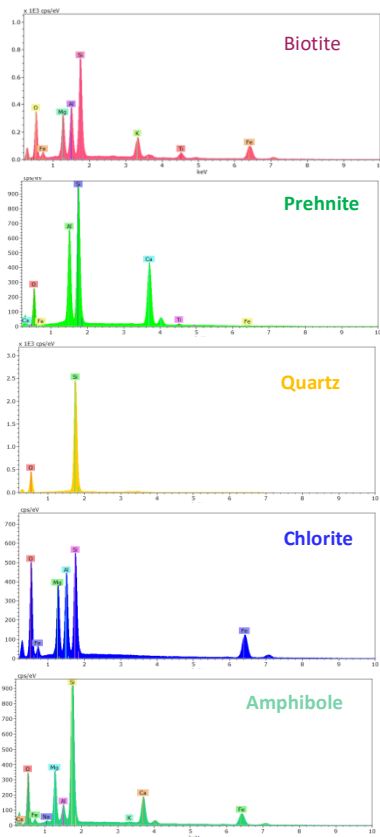
Caractérisation d'une roche métamorphique



Métagranite de la zone axiale des Pyrénées (pluton de Bielsa)

Airaghi et al 2021.

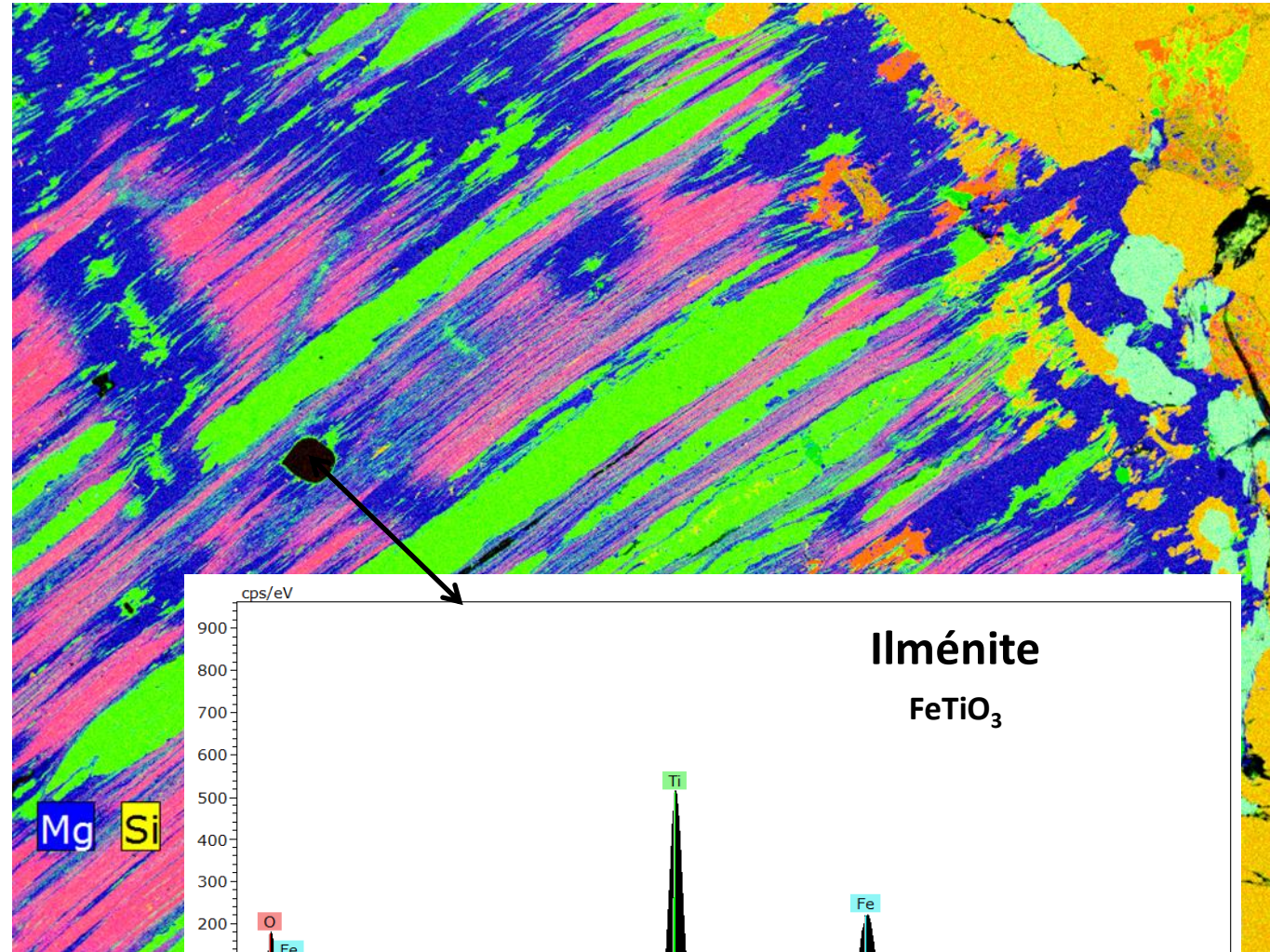
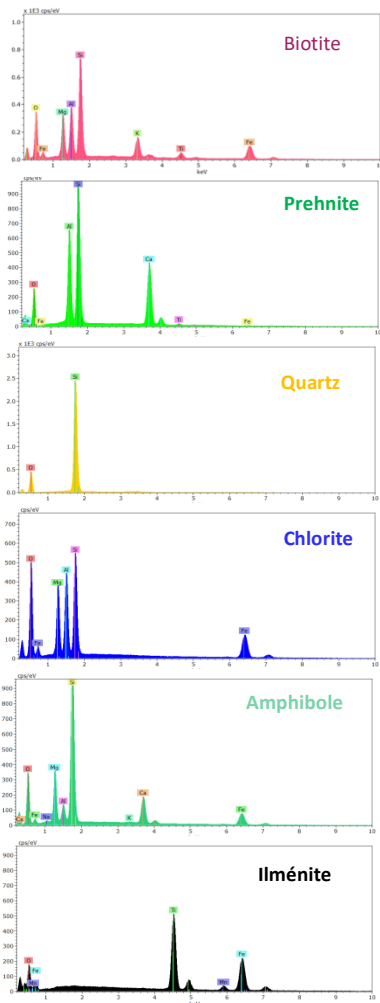
Caractérisation d'une roche métamorphique



Métagranite de la zone axiale des Pyrénées (pluton de Bielsa)

Airaghi et al 2021.

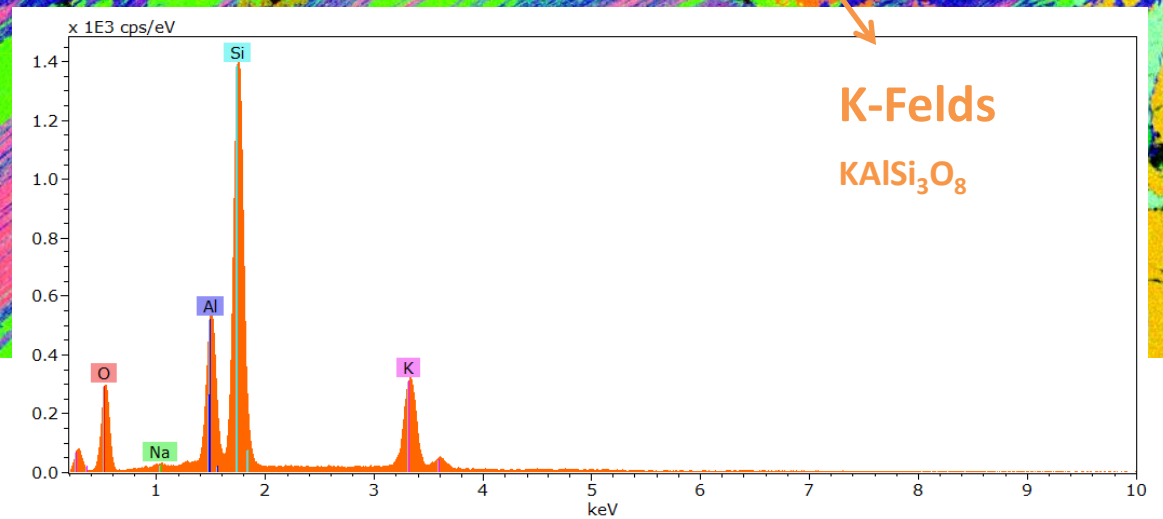
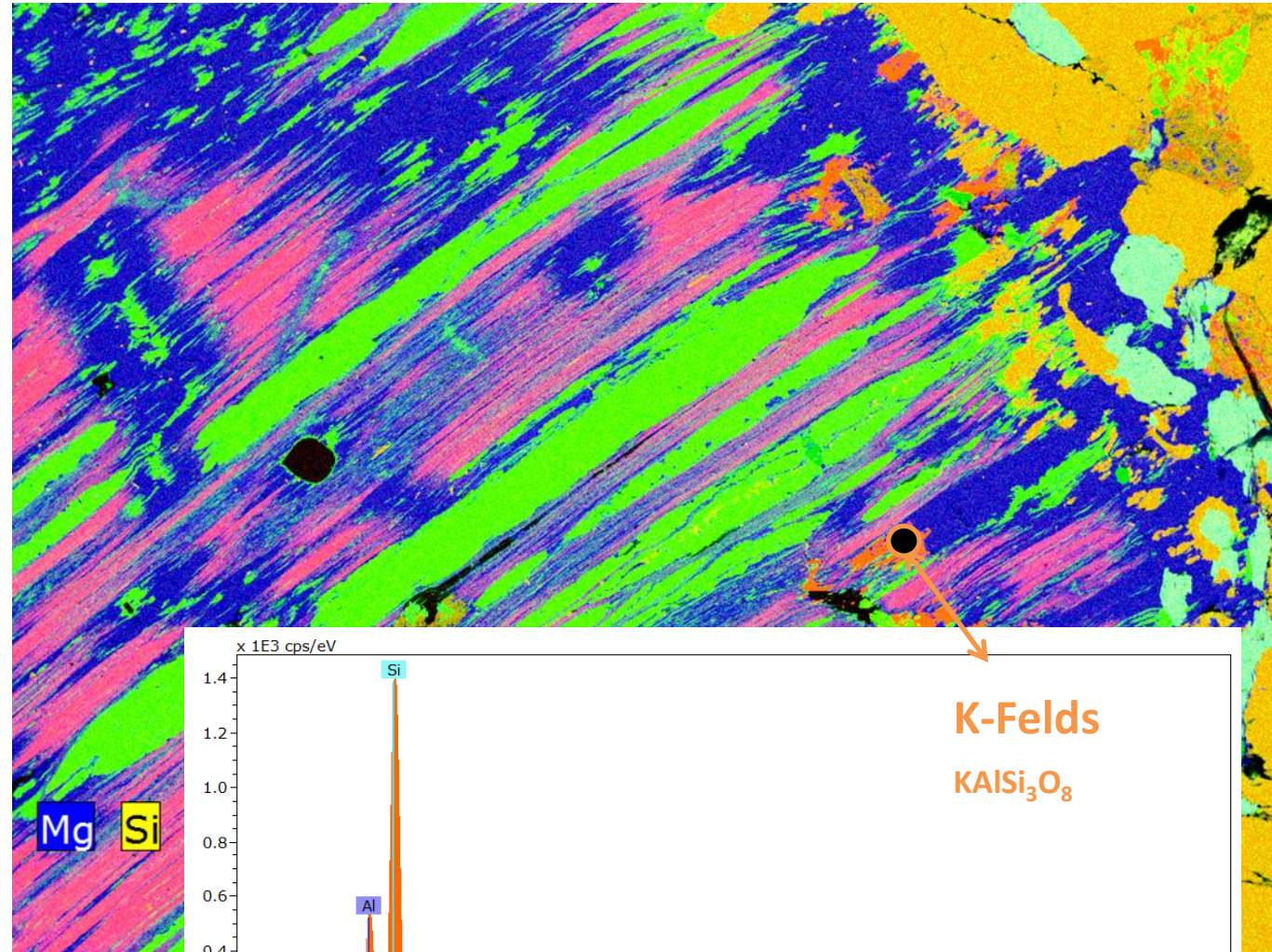
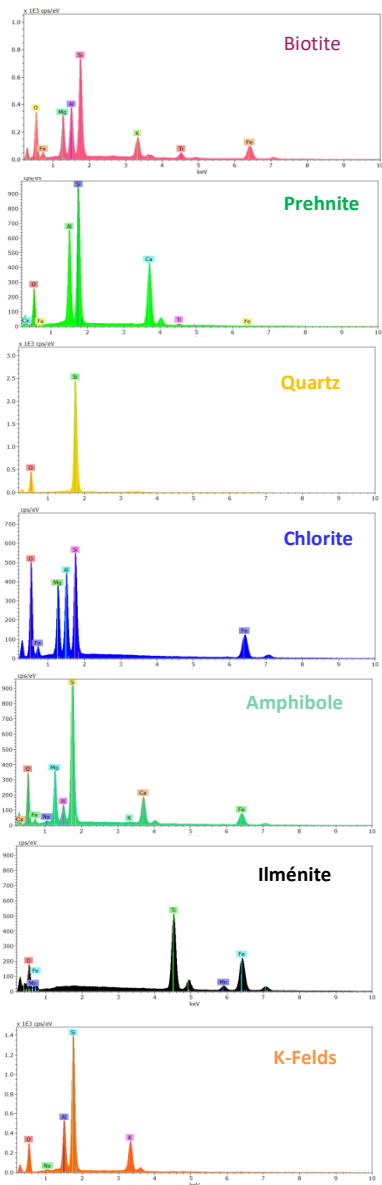
Caractérisation d'une roche métamorphique



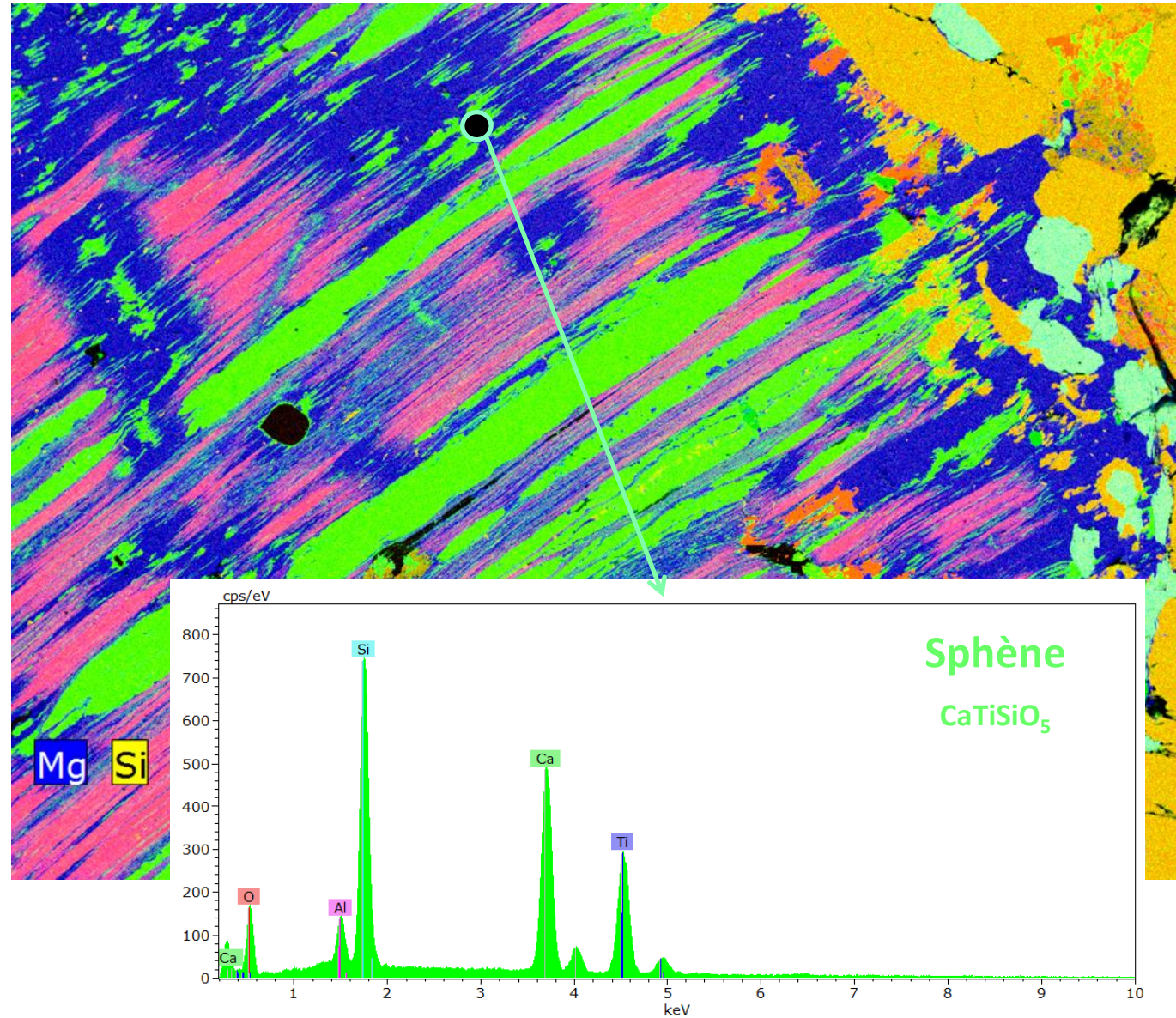
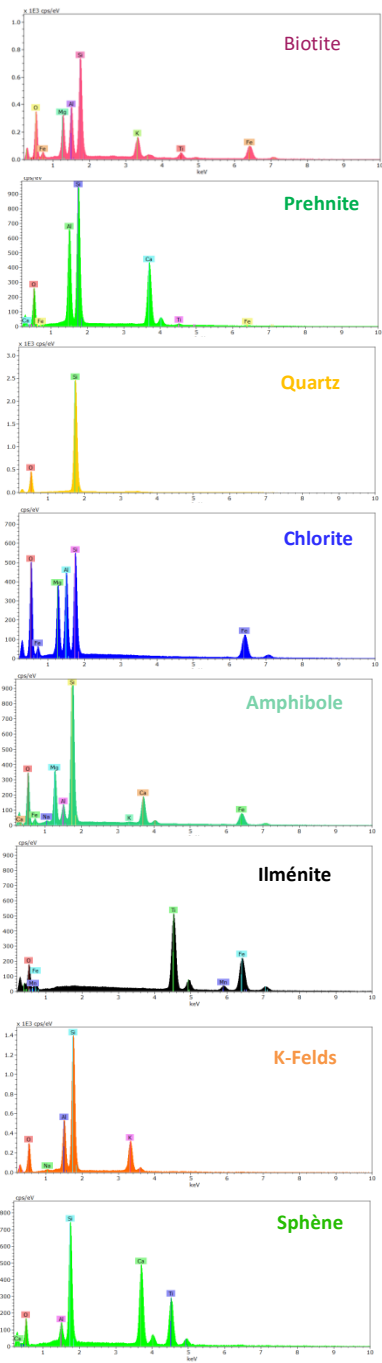
Métagranite de la zone axiale des Pyrénées (pluton de Bielsa)

Airaghi et al 2021.

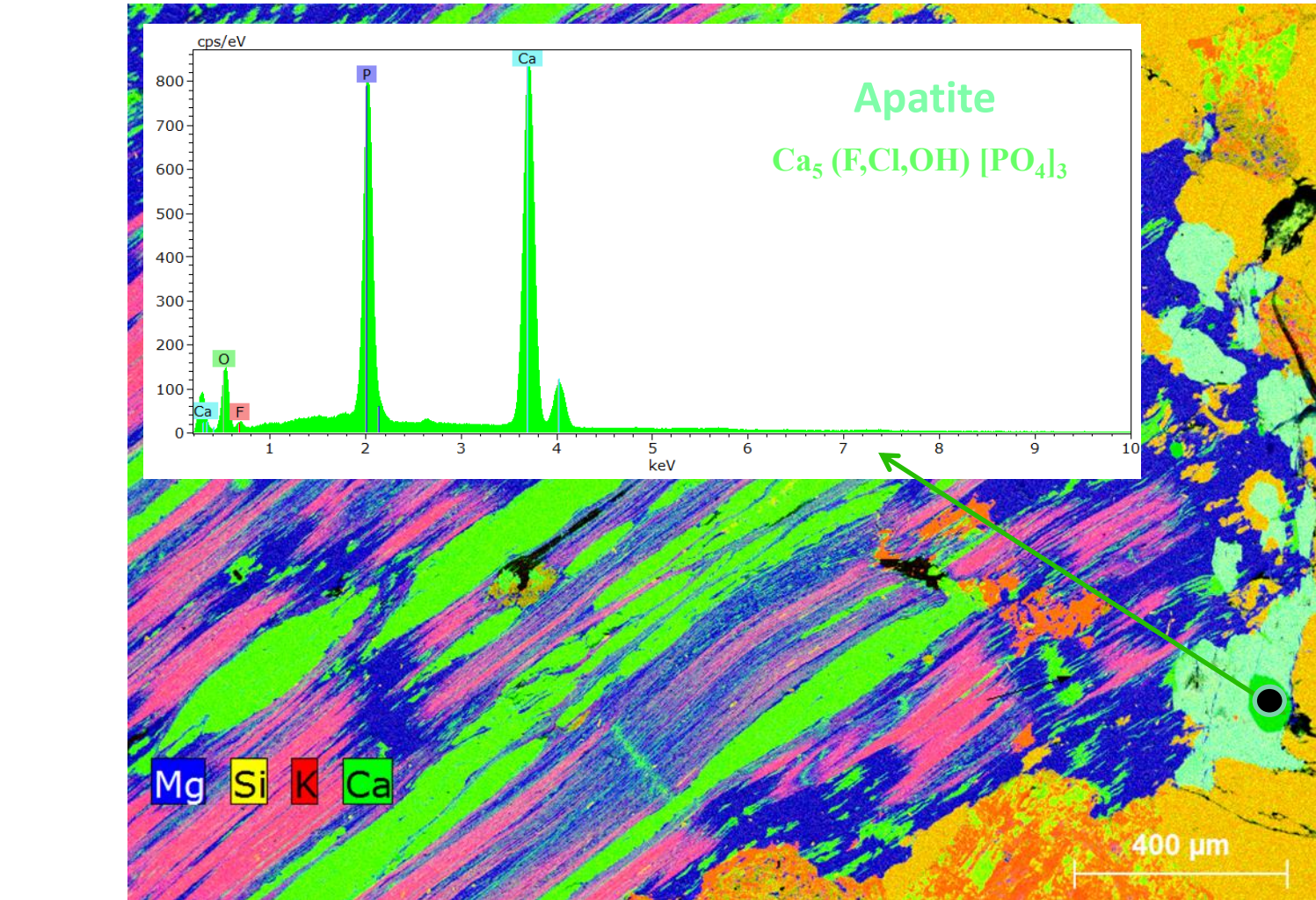
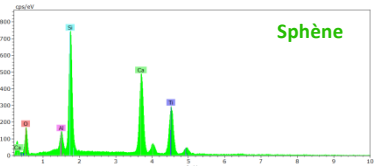
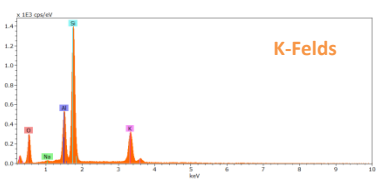
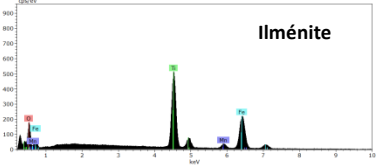
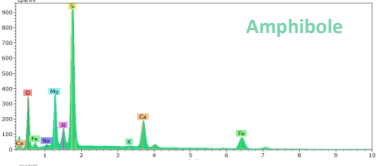
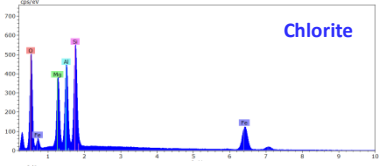
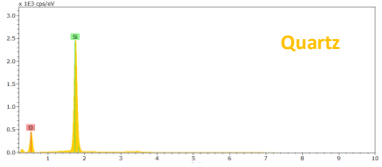
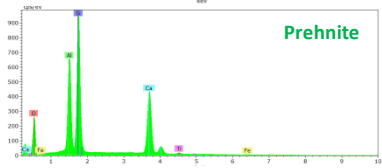
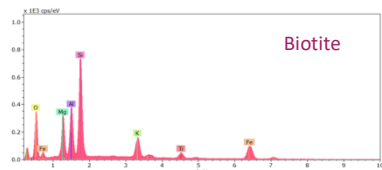
Caractérisation d'une roche métamorphique



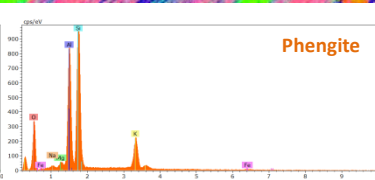
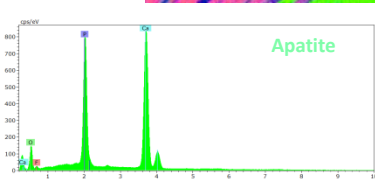
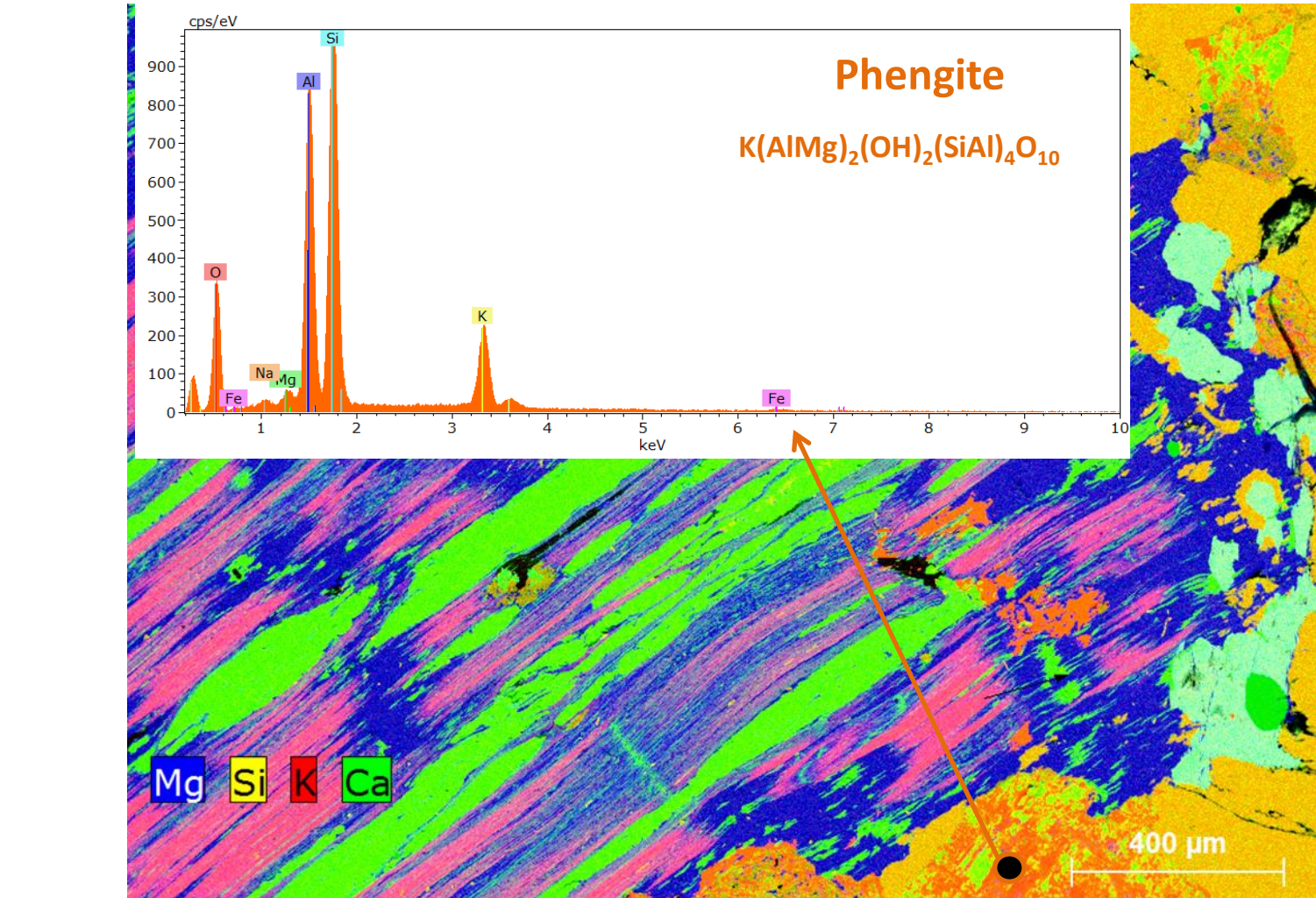
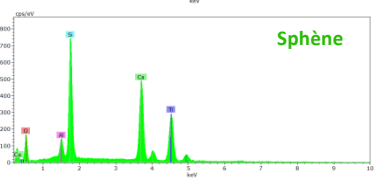
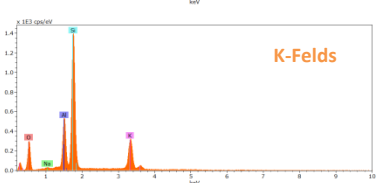
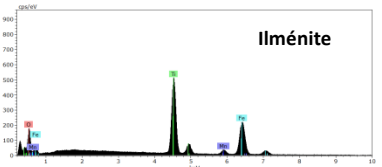
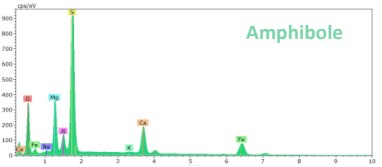
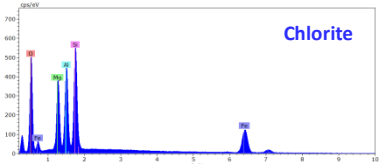
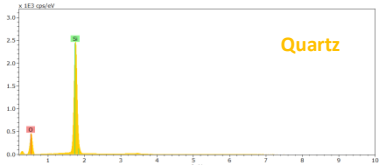
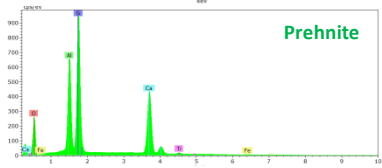
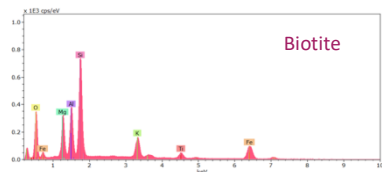
Caractérisation d'une roche métamorphique



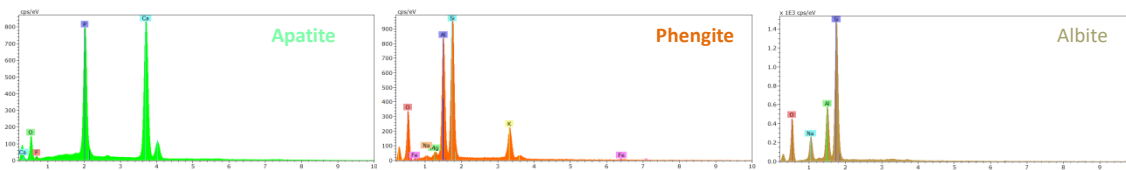
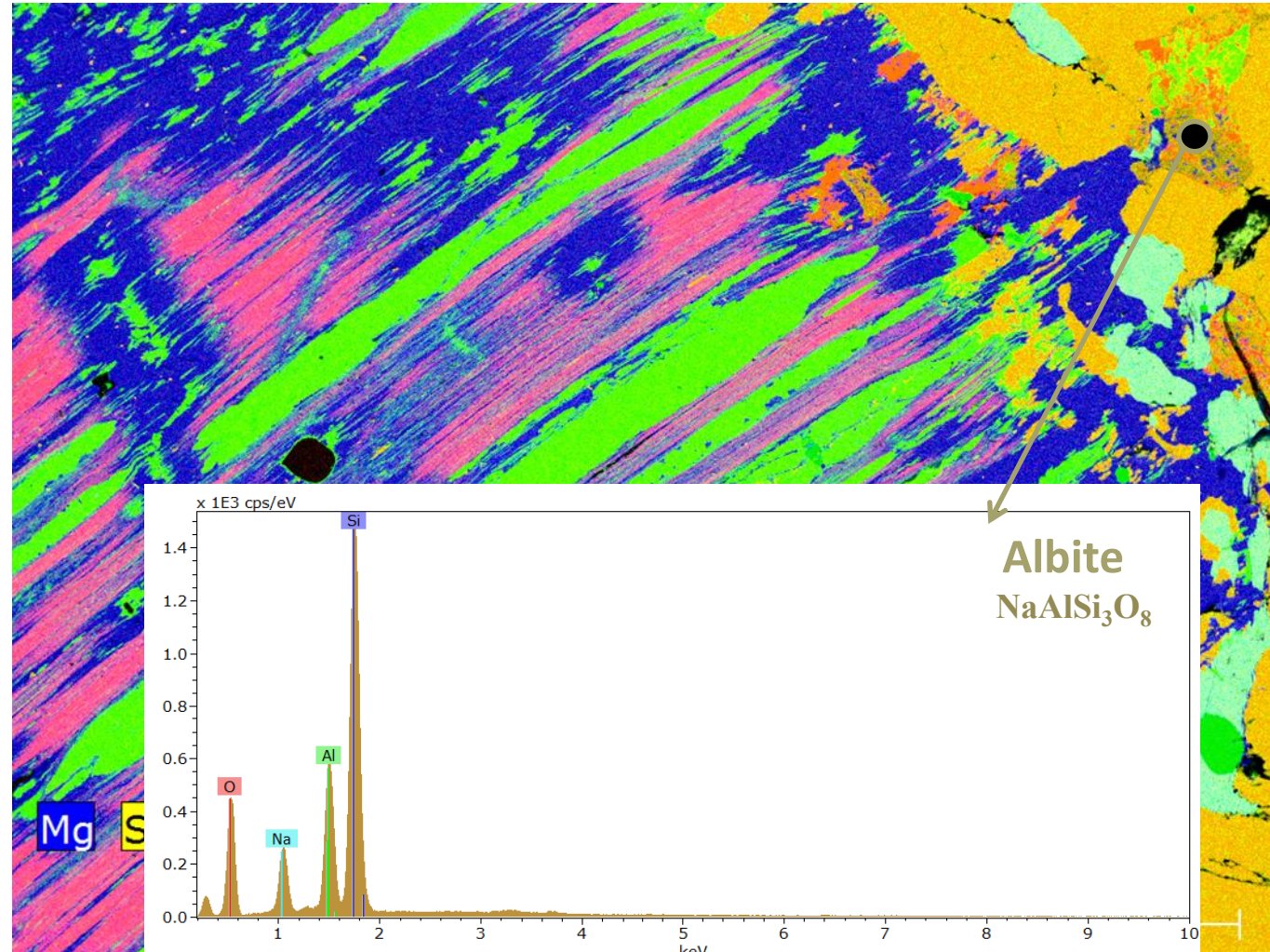
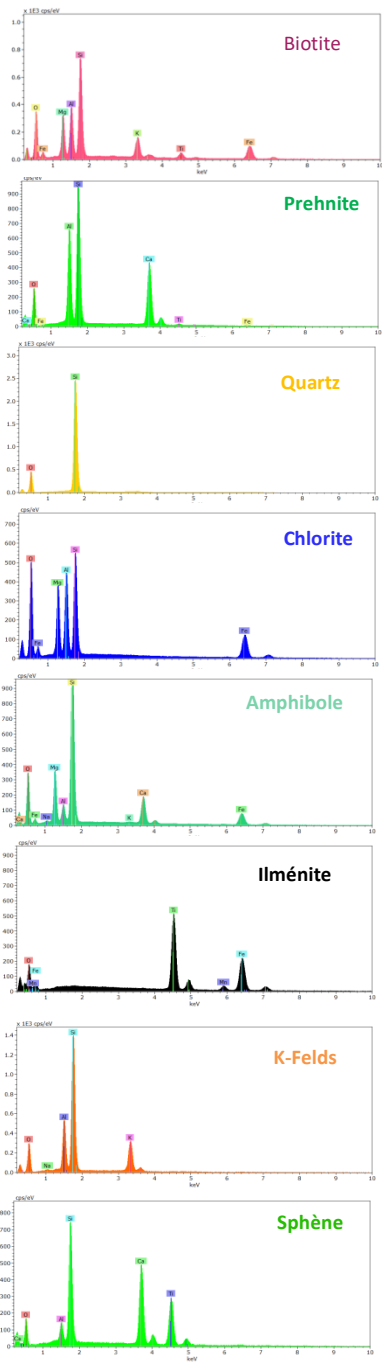
Caractérisation d'une roche métamorphique



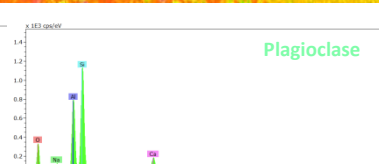
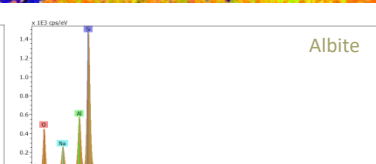
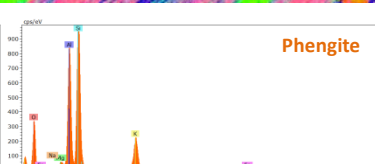
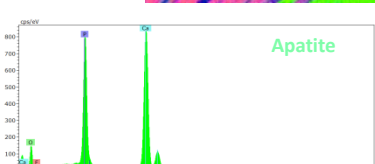
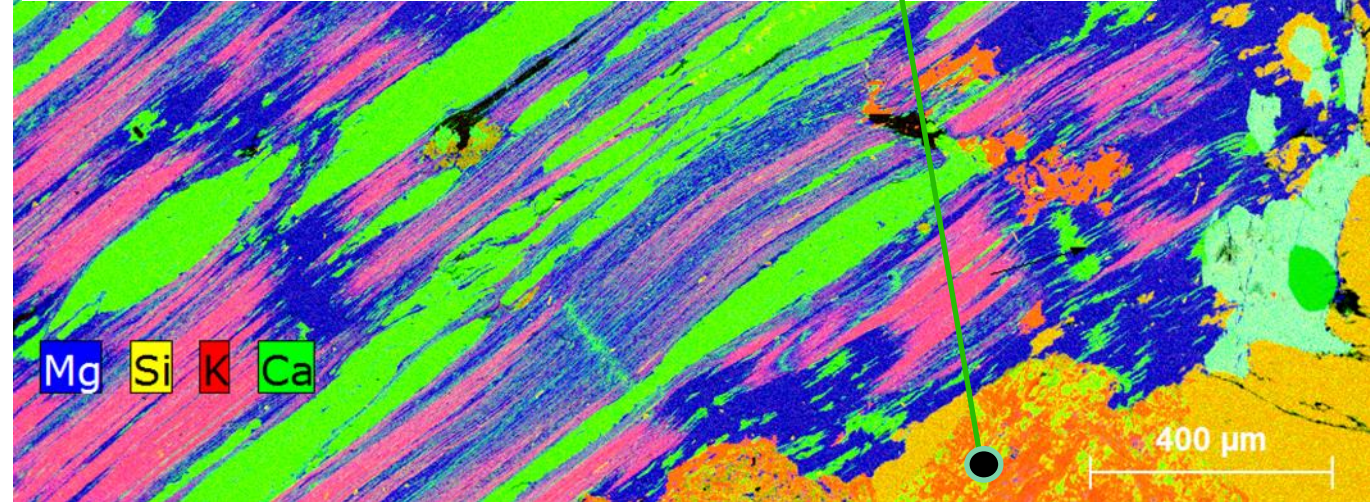
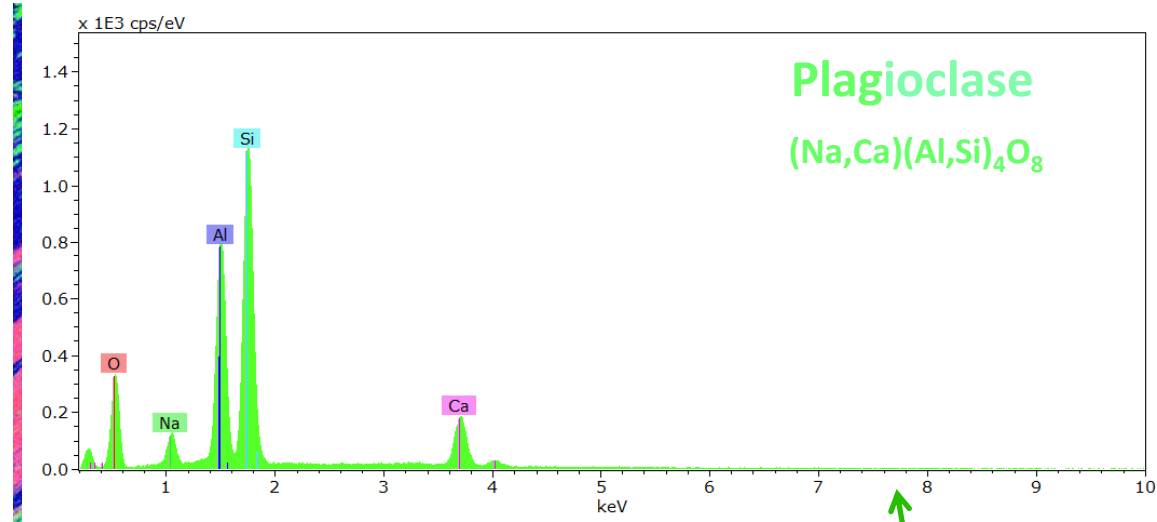
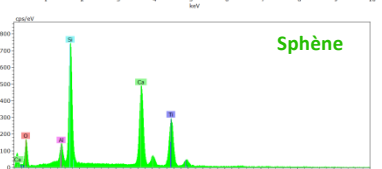
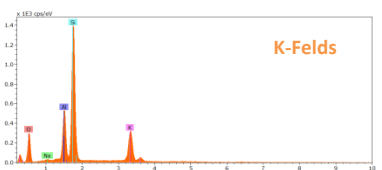
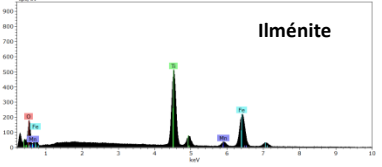
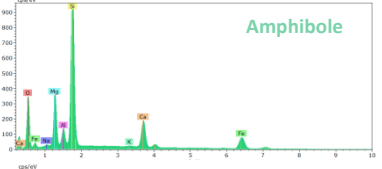
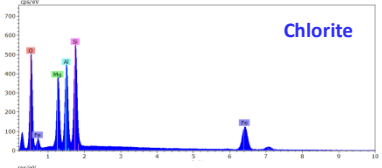
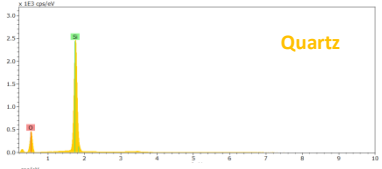
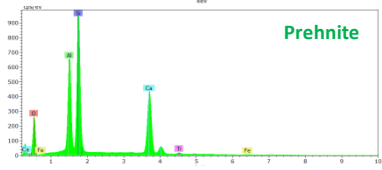
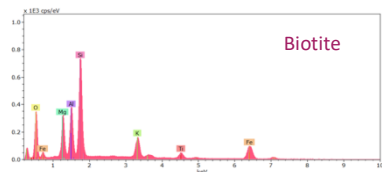
Caractérisation d'une roche métamorphique



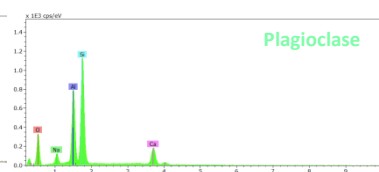
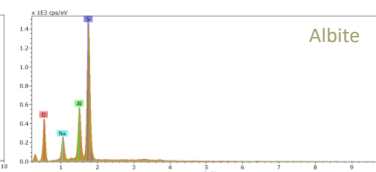
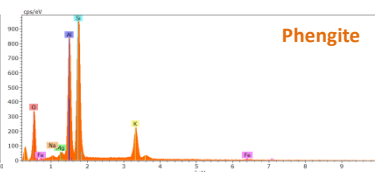
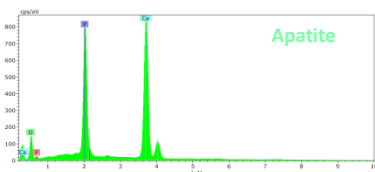
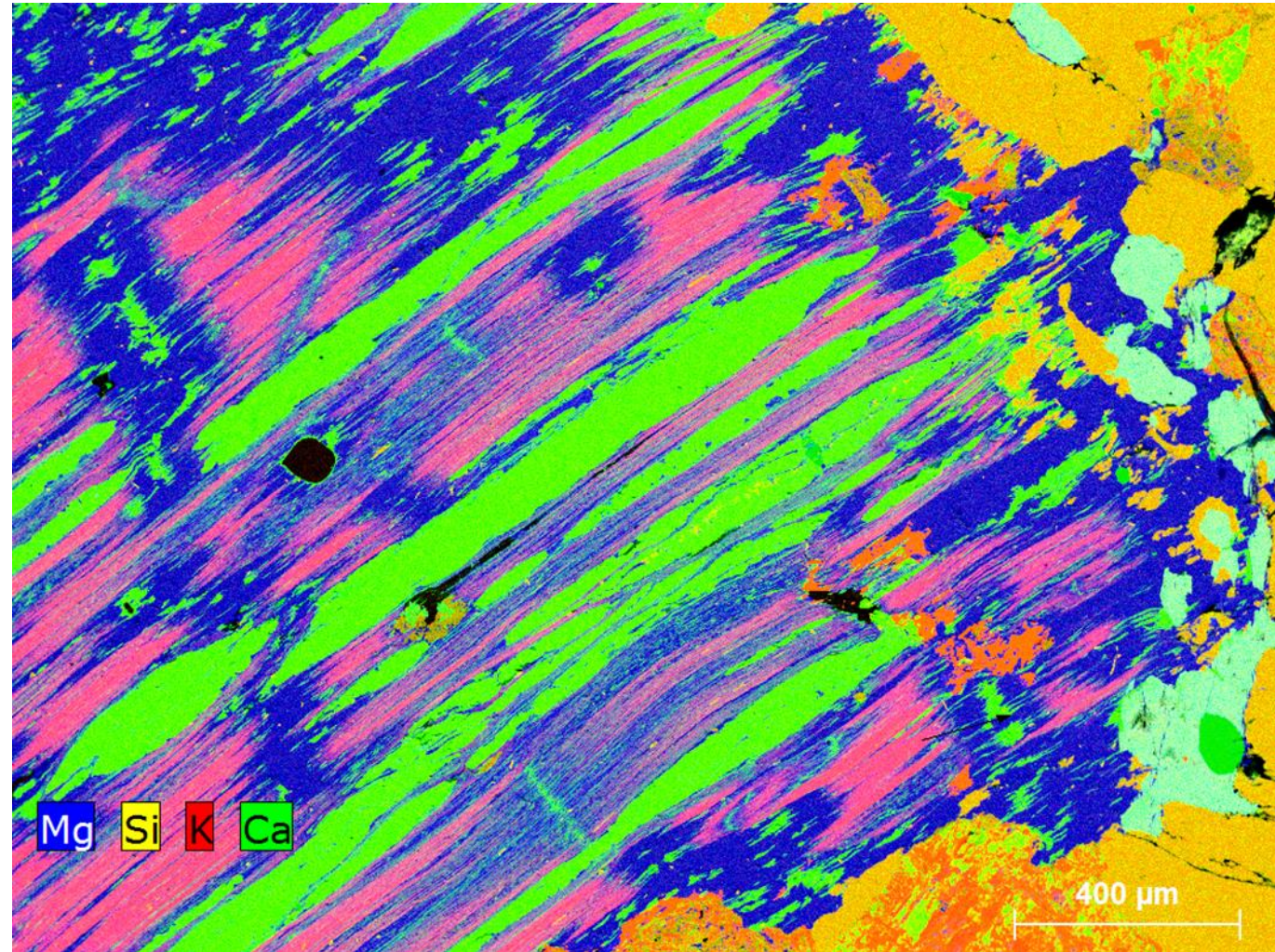
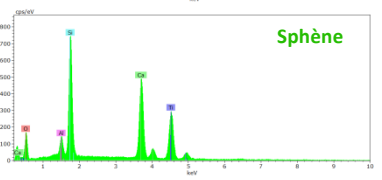
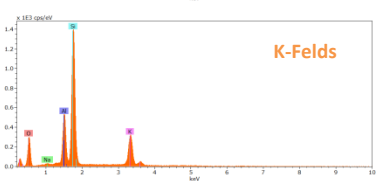
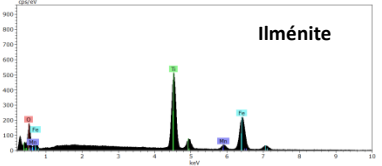
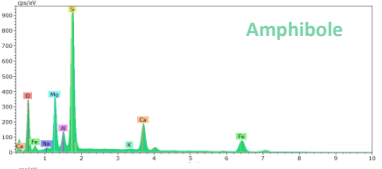
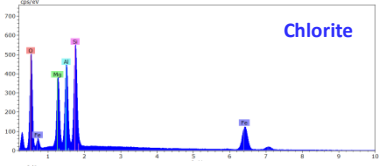
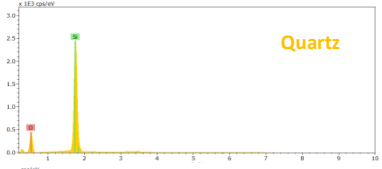
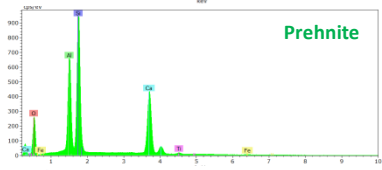
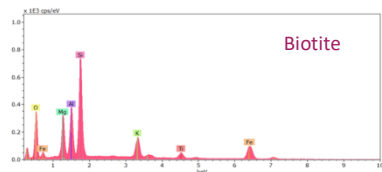
Caractérisation d'une roche métamorphique



Caractérisation d'une roche métamorphique



Caractérisation d'une roche métamorphique



Zonation en sablier dans un Clinopyroxène :

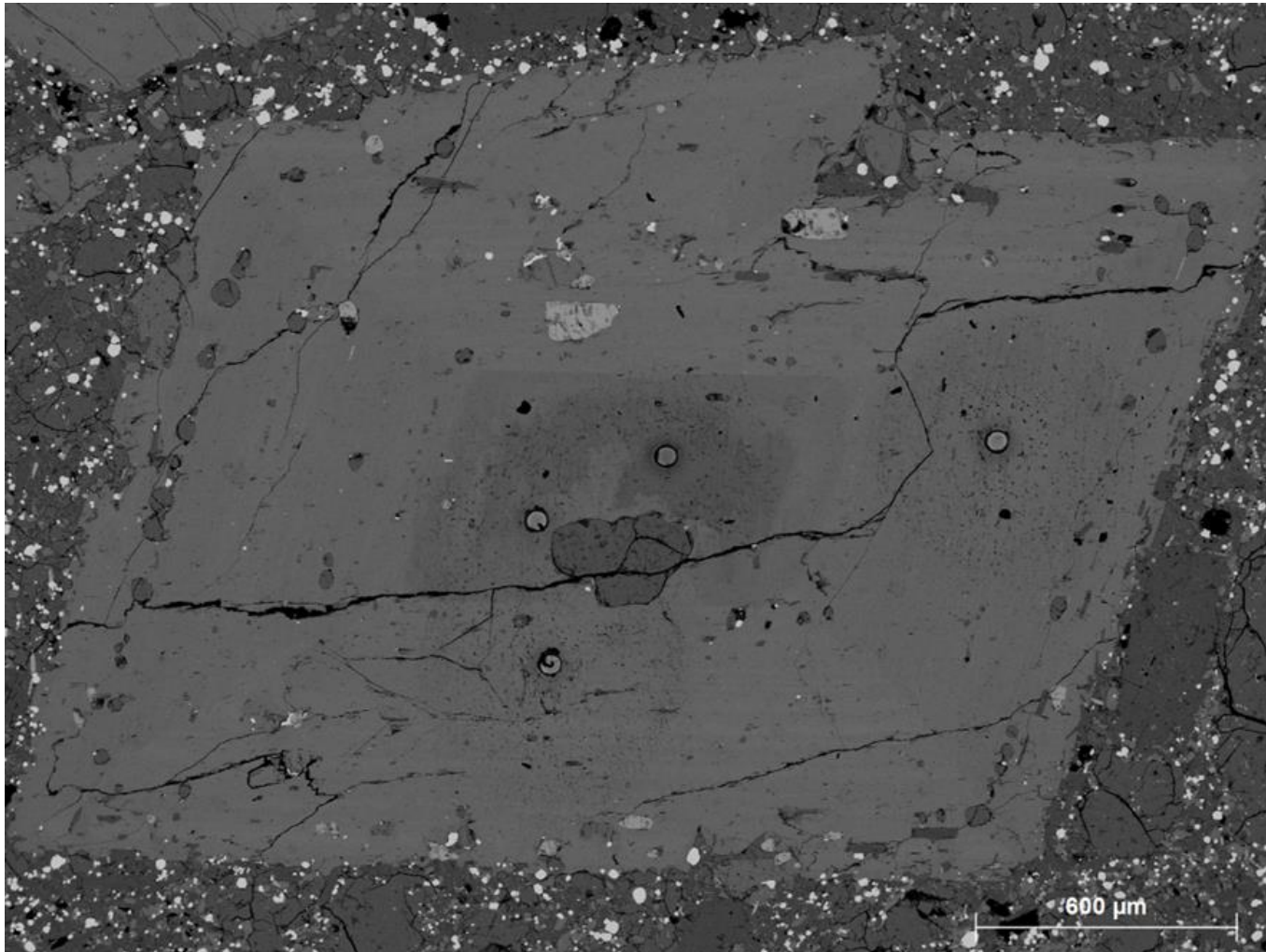
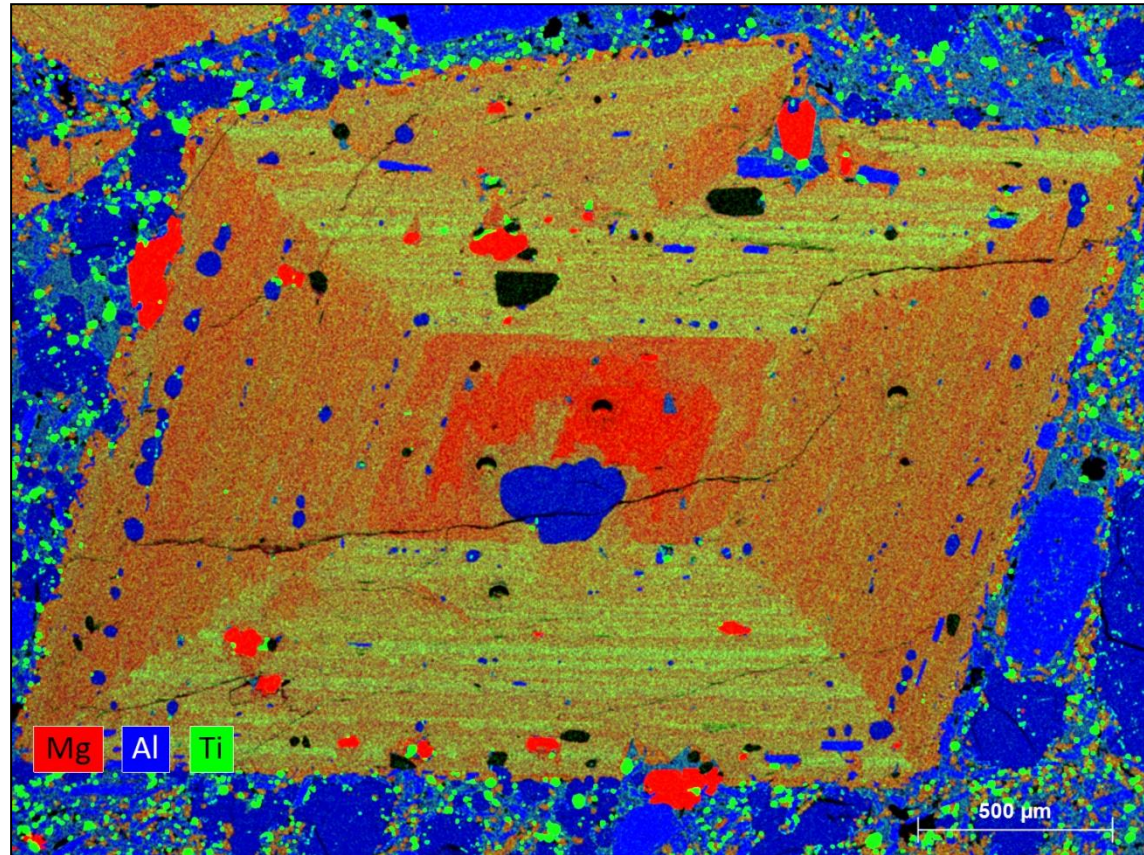


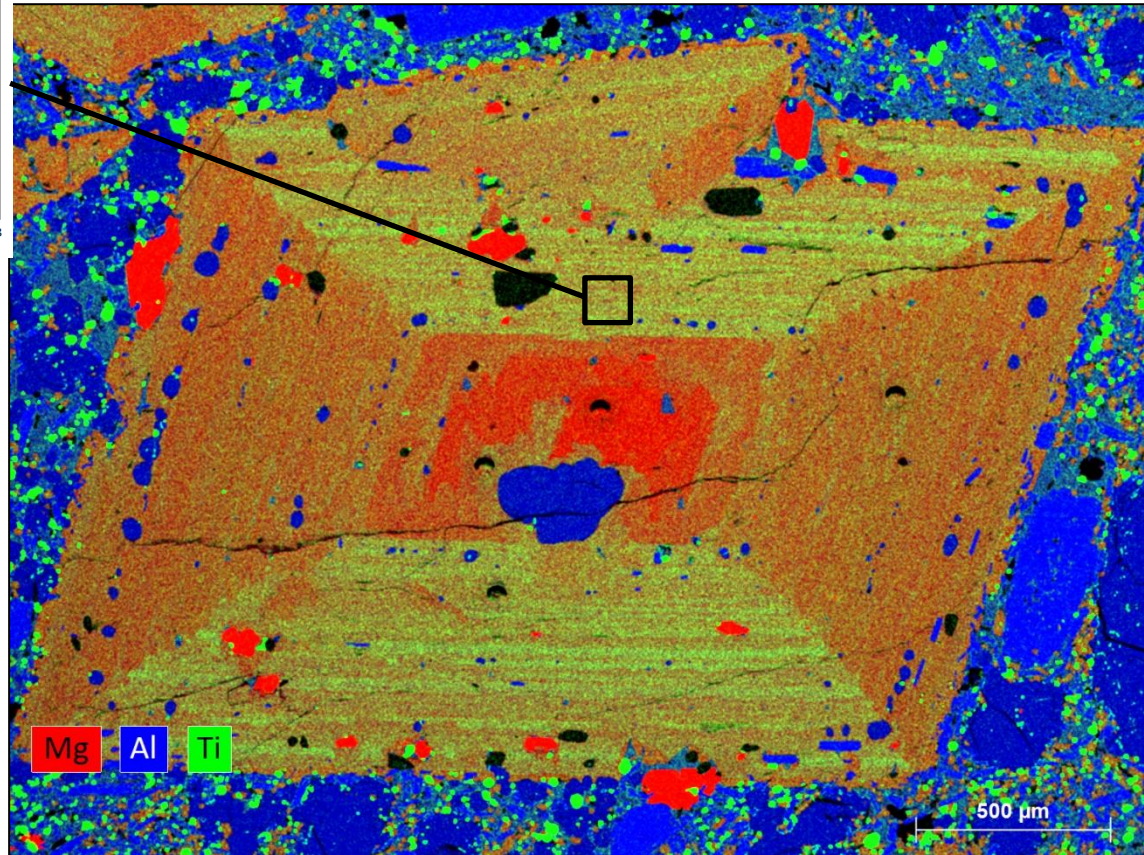
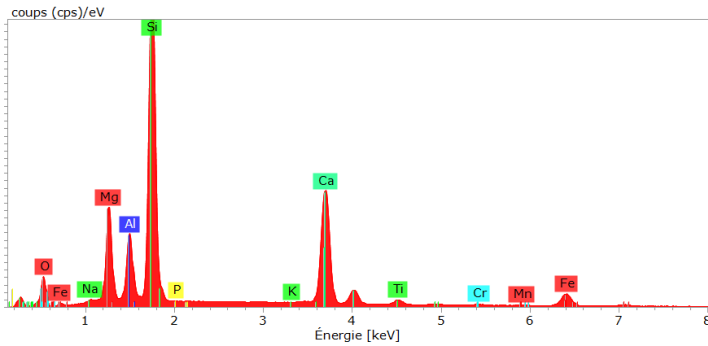
Image BSE d'un pyroxène calcique de l'éruption de 1944 du Vésuve (Italie).

Zonation en sablier dans un Clinopyroxène:



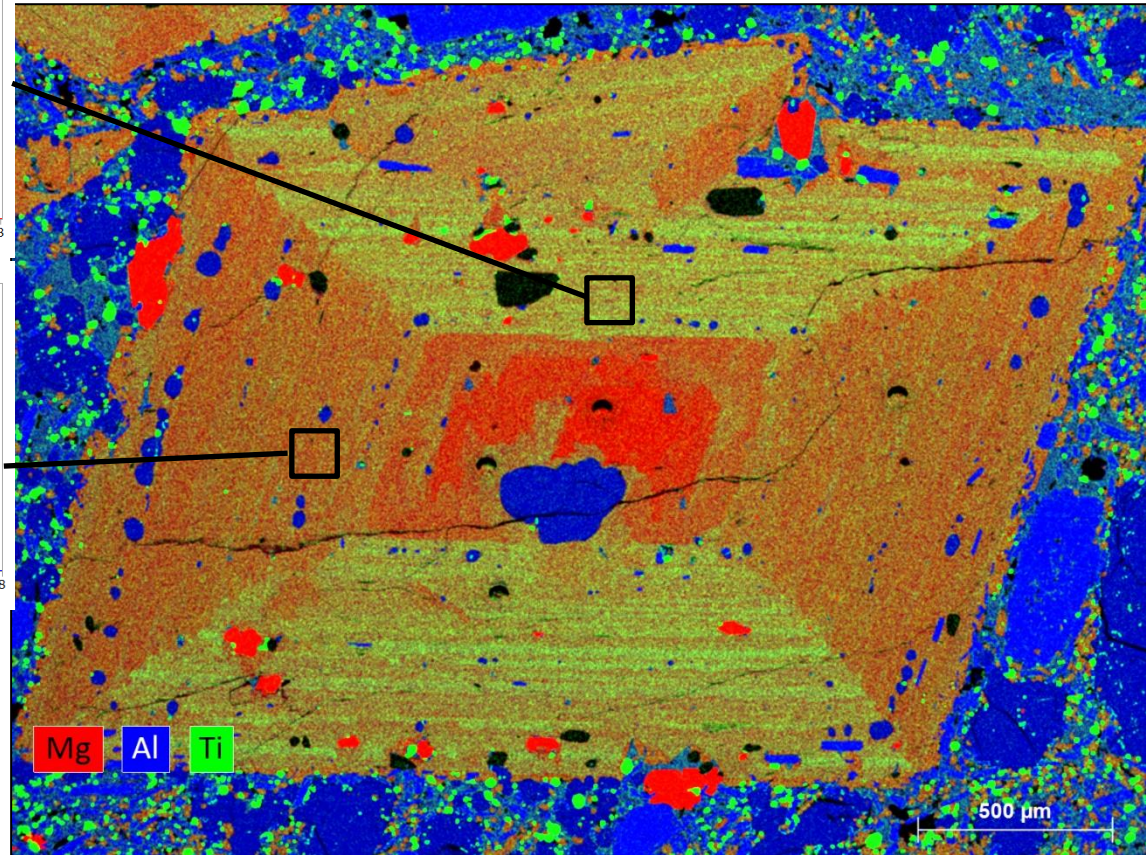
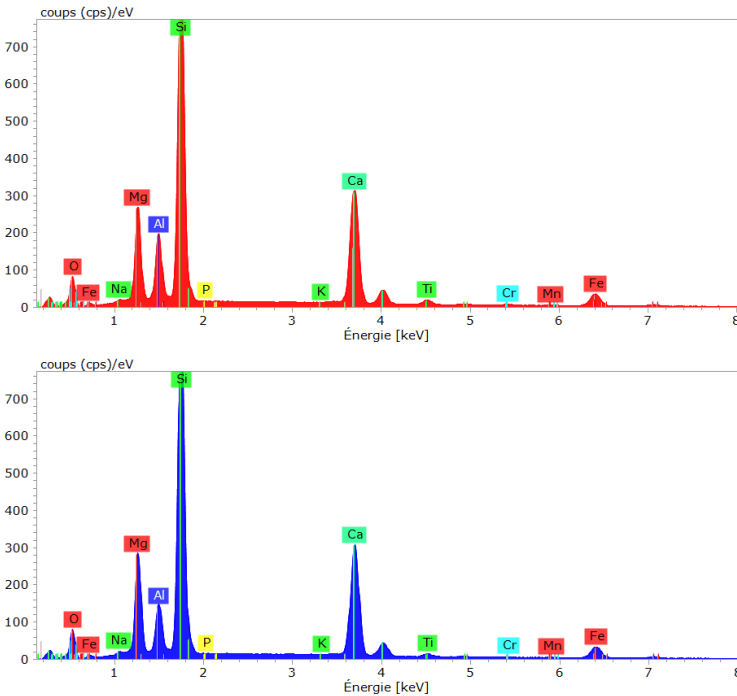
Zonation due à une croissance différentielle des différentes faces du cristal couplée avec des changements importants dans la composition du liquide magmatique au cours de la cristallisation.

Zonation en sablier dans un Clinopyroxène:



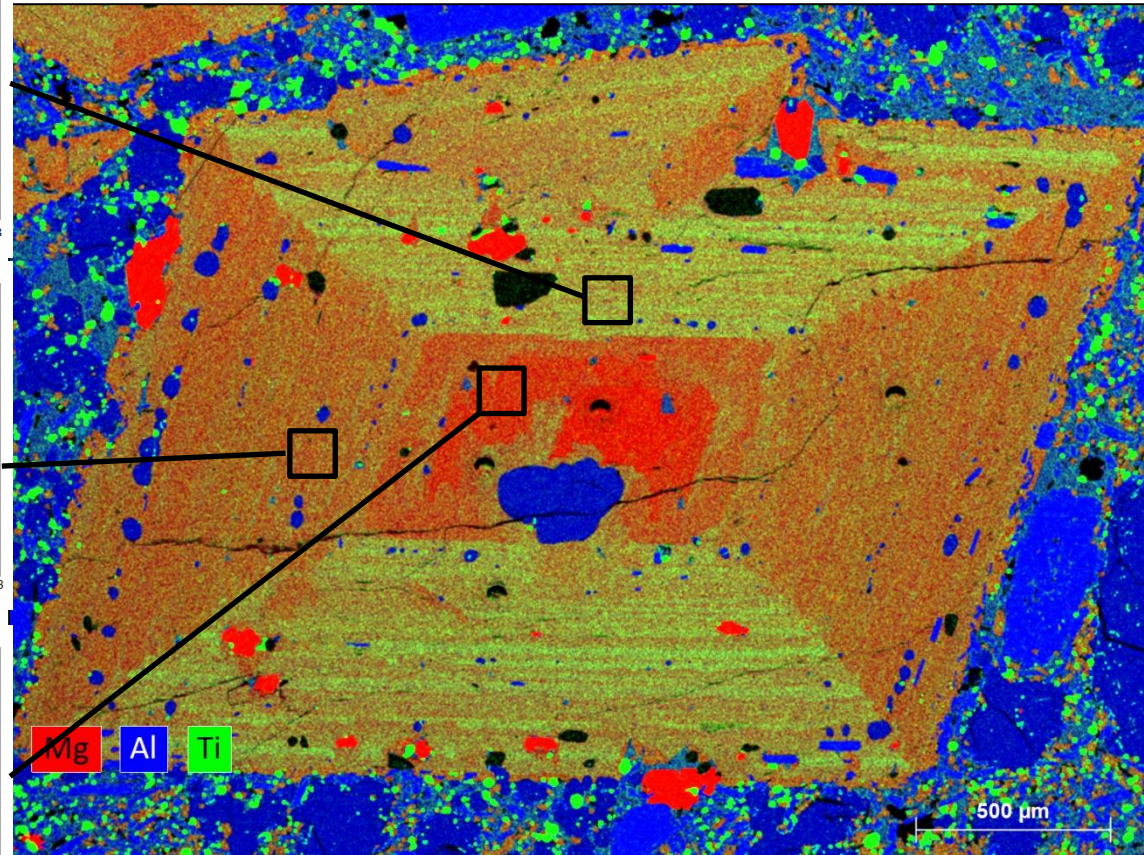
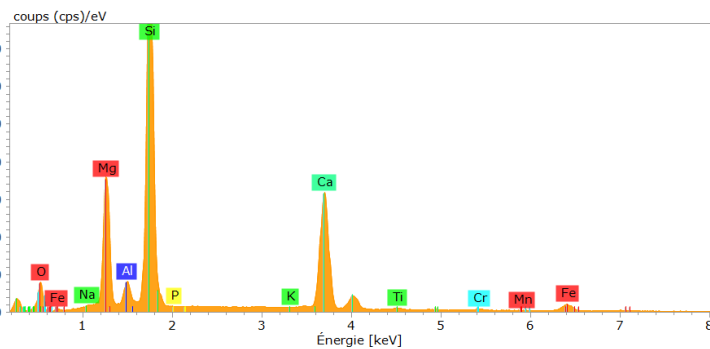
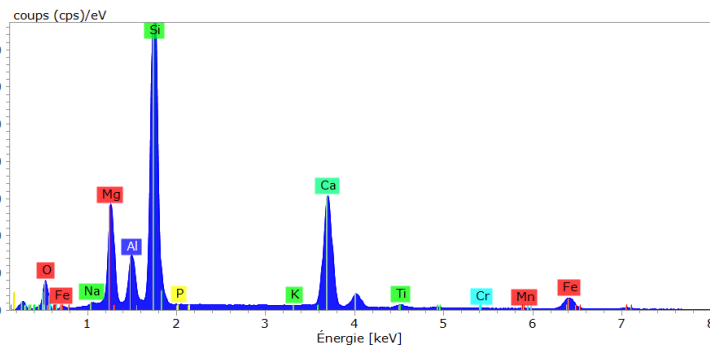
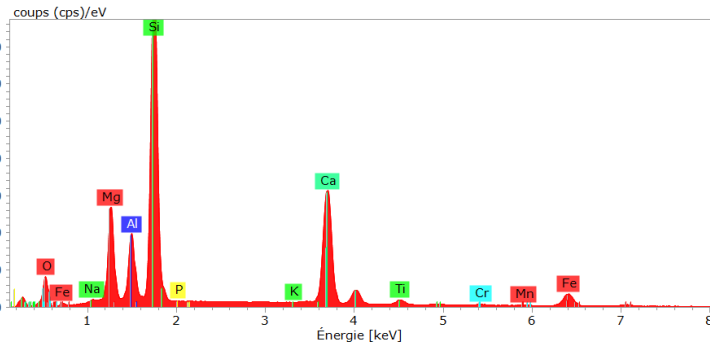
Zonation due à une croissance différentielle des différentes faces du cristal couplée avec des changements importants dans la composition du liquide magmatique au cours de la cristallisation.

Zonation en sablier dans un Clinopyroxène:

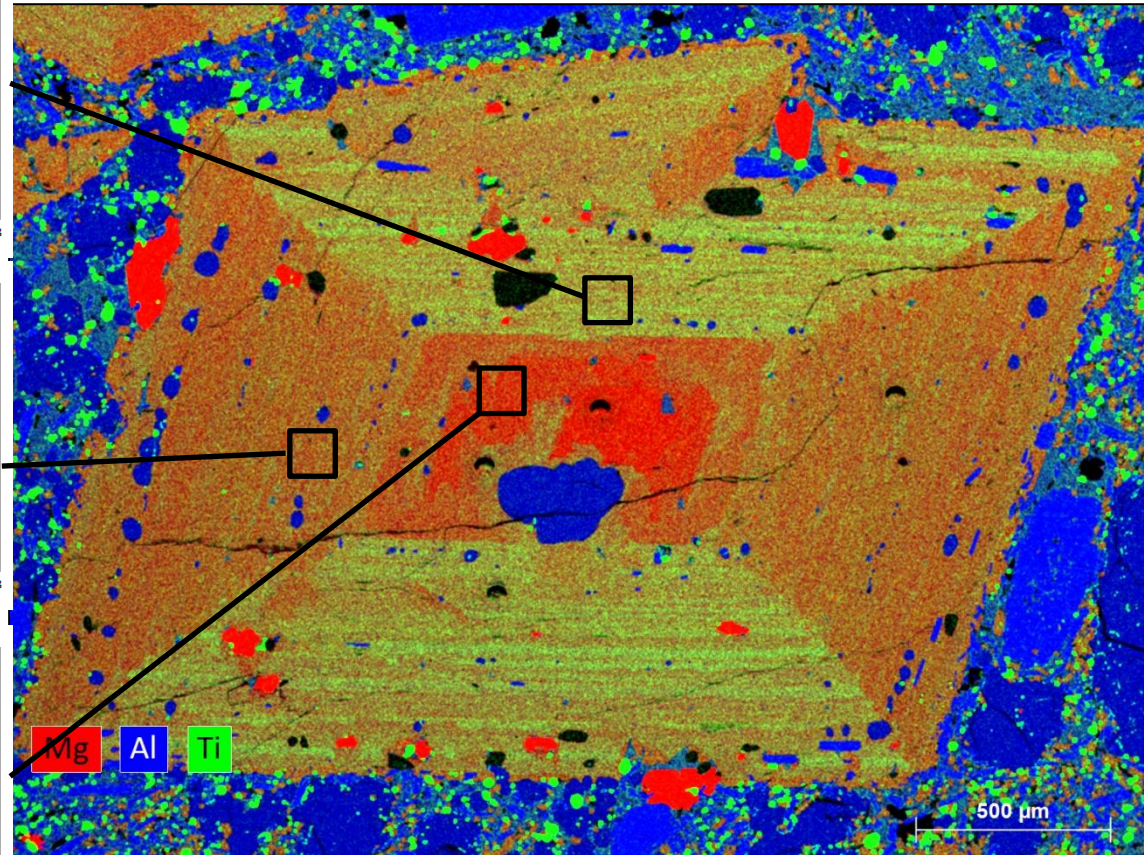
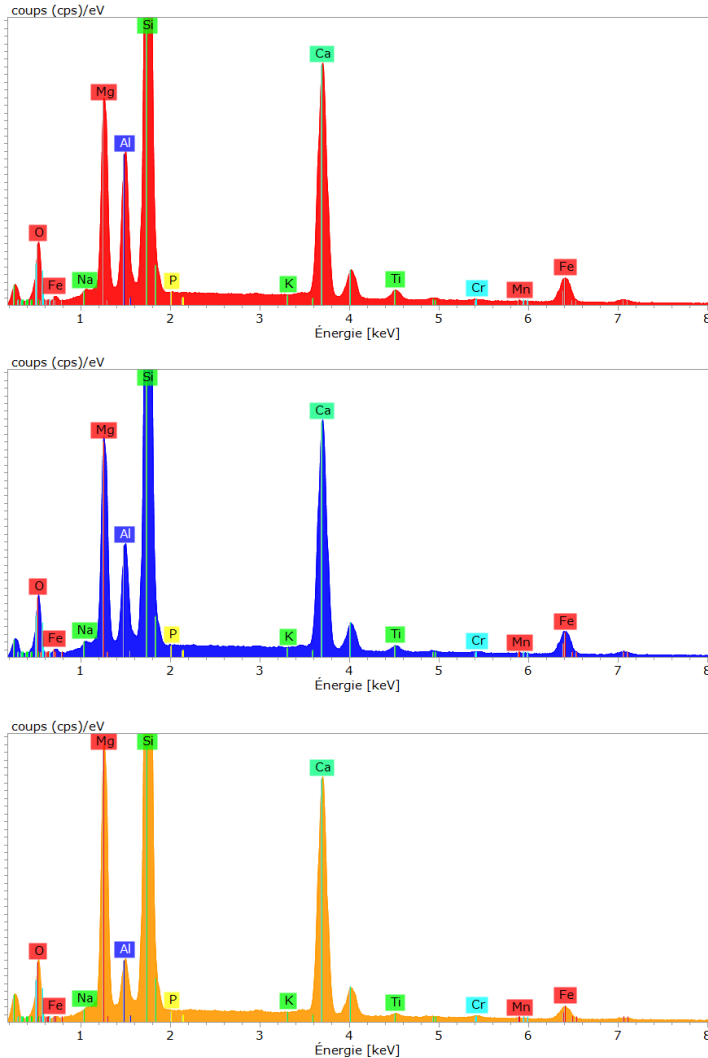


Zonation due à une croissance différentielle des différentes faces du cristal couplée avec des changements importants dans la composition du liquide magmatique au cours de la cristallisation.

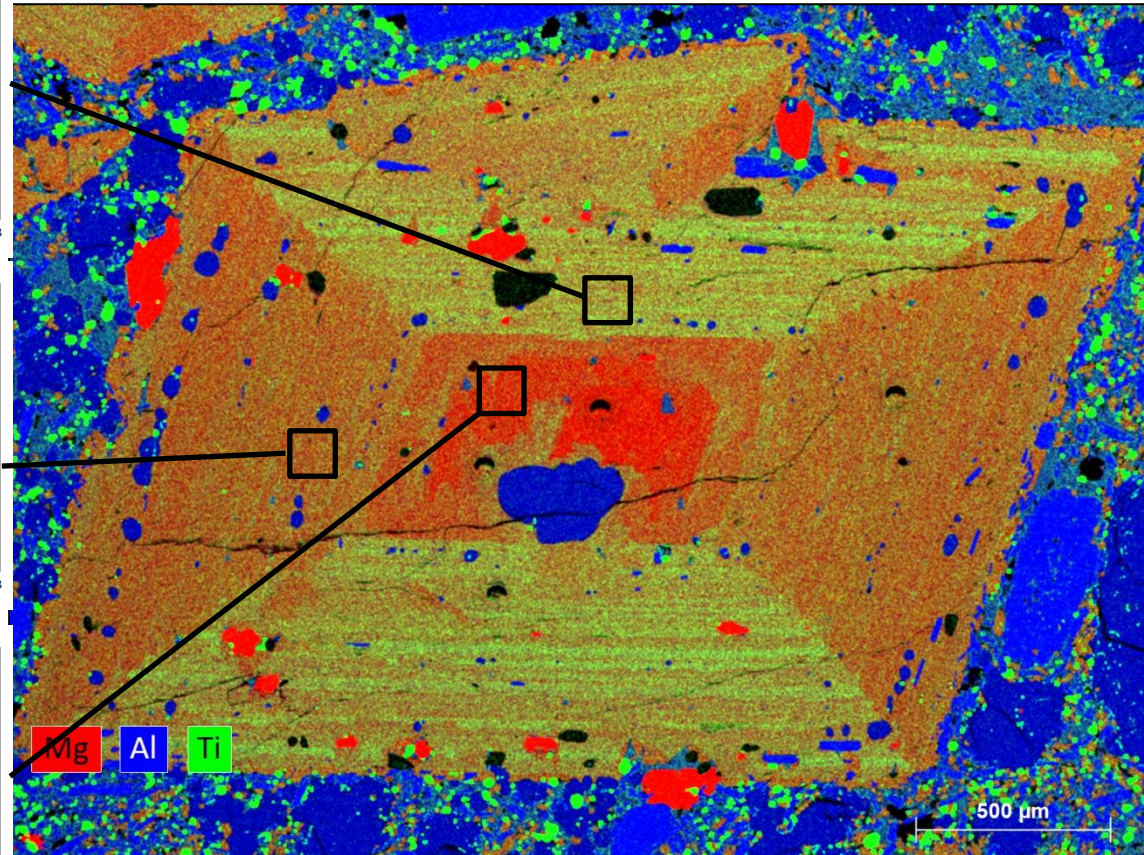
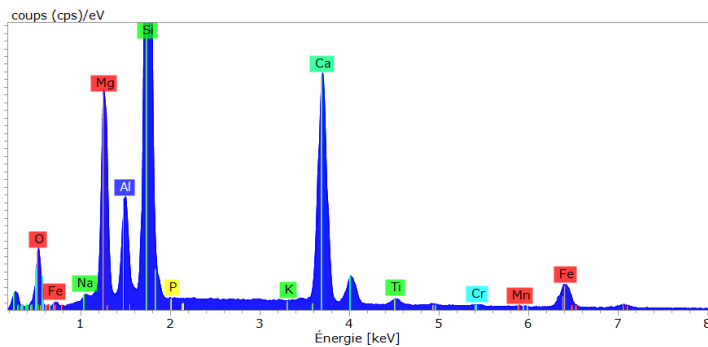
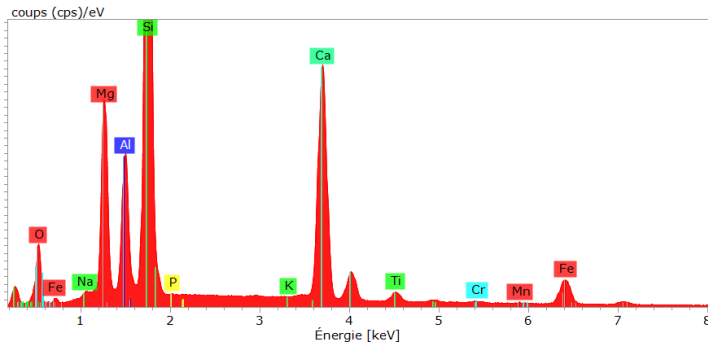
Zonation en sablier dans un Clinopyroxène:



Zonation en sablier dans un Clinopyroxène:



Zonation en sablier dans un Clinopyroxène:



Zonation due à une croissance différentielle des différentes faces du cristal couplée avec des changements importants dans la composition du liquide magmatique au cours de la cristallisation.

Minéraux Polymorphes

Des minéraux sont dits polymorphes s'ils ont la même composition chimique mais cristallisent dans des systèmes cristallins différents.

La silice peut exister sous différentes formes cristallines et chacune de ces formes est stable dans des conditions P– T°C différentes.

Stishovite : Tétragonal (Quadratique) (kbar)

Coésite : Monoclinique.

Quartz β : Hexagonal.

Cristobalite : Tétragonal (Quadratique).

Tridymite : Triclinique.

Quartz α : Rhomboédrique (trigonal).

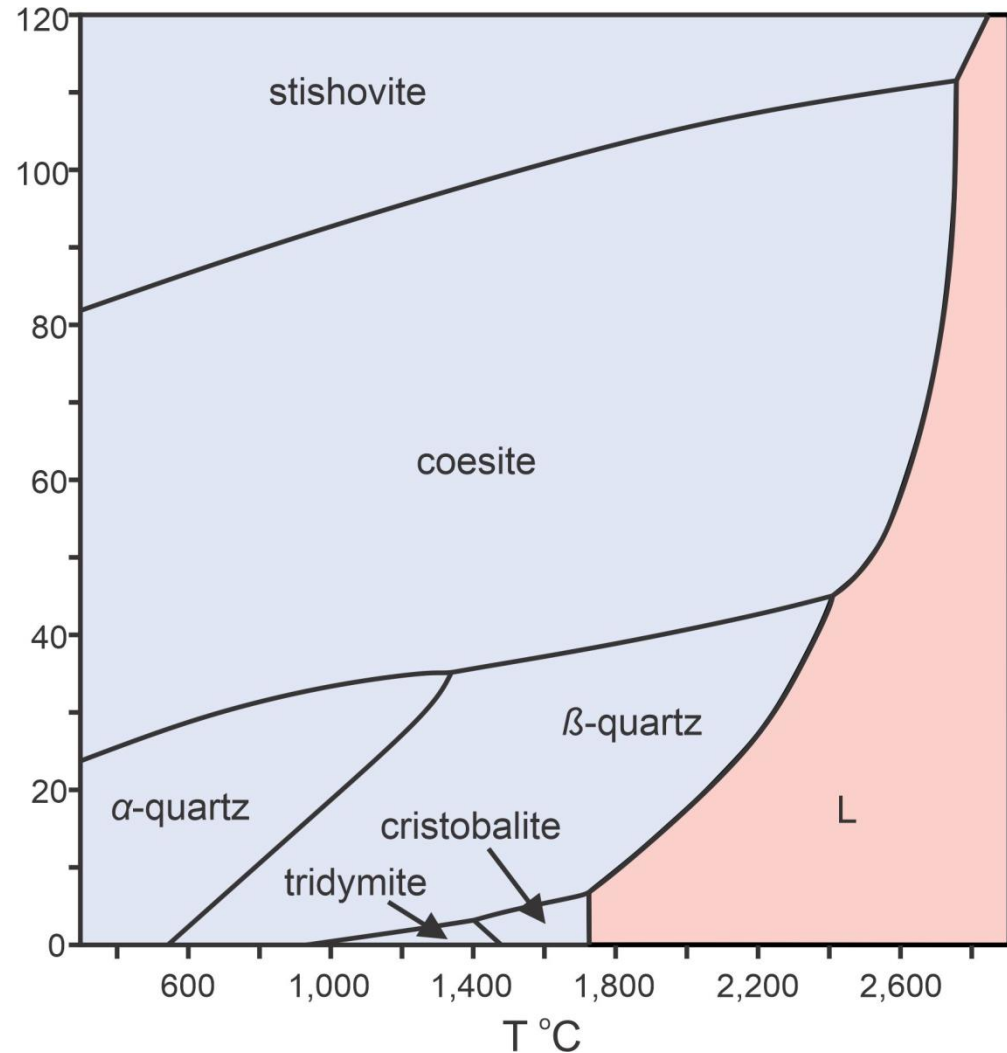


Diagramme P-T pour la silice

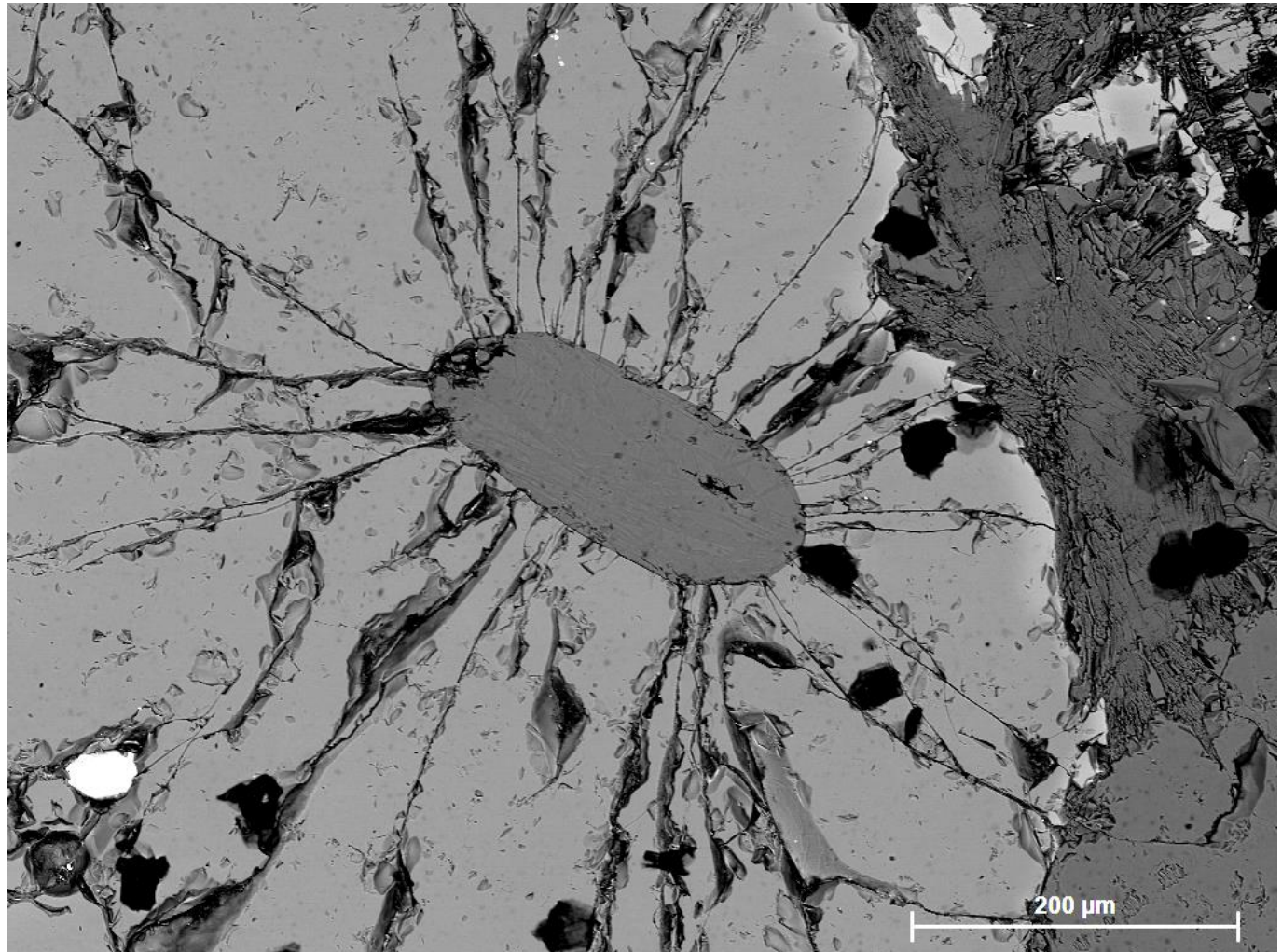
Minéraux Polymorphes

Polymorphes de SiO_2 : Quartz α et Coésite

Quartzite à Coésite de Dora Maira (Alpes Italiennes).

Roche sédimentaire enfouie jusqu'à 100km de profondeur avant d'être exhumée.

Noter les fractures
radiales dans le
grenat autour de
l'inclusion.

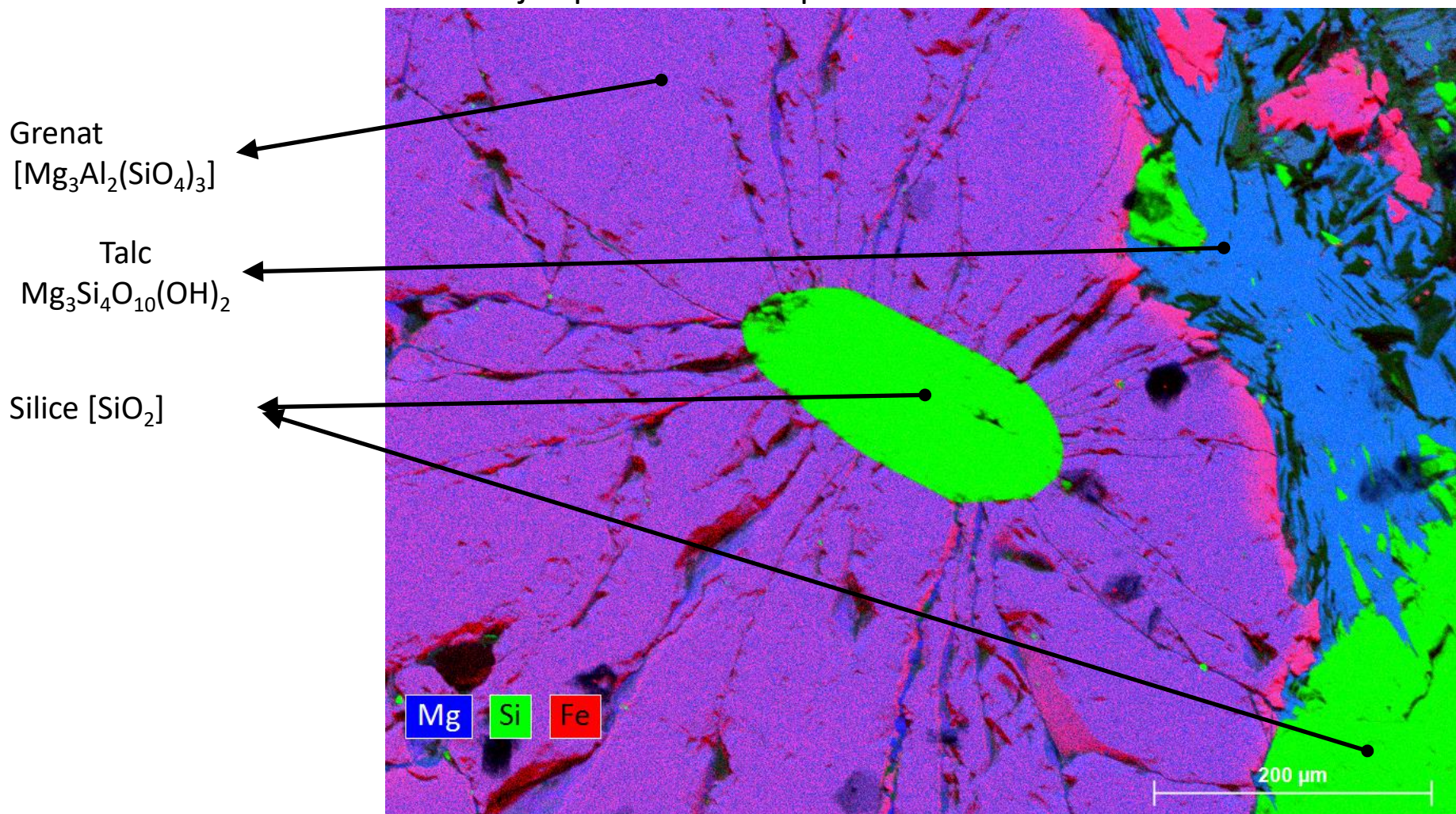


Minéraux Polymorphes

Polymorphes de SiO_2 : Quartz α et Coésite

Quartzite à Coésite de Dora Maira (Alpes Italiennes).

Roche sédimentaire enfouie jusqu'à 100km de profondeur avant d'être exhumée.



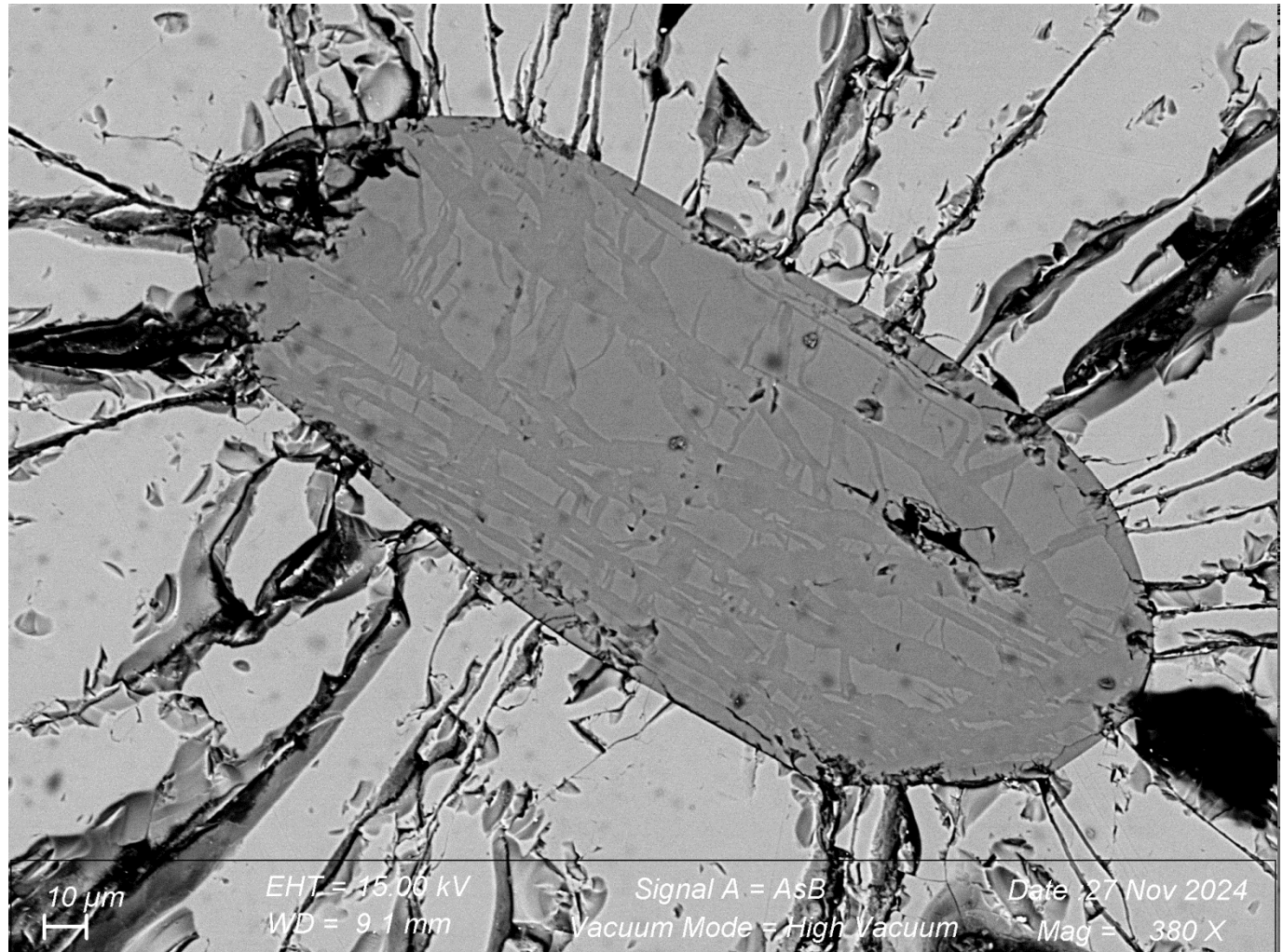
Cartographie de répartition des éléments chimiques:
Image Composite de Mg, Si et Fe

Polymorphes de SiO_2 : Quartz α et Coésite

Quartzite à Coésite de Dora Maira (Alpes Italiennes).

Roche sédimentaire enfouie jusqu'à 100km de profondeur avant d'être exhumée.

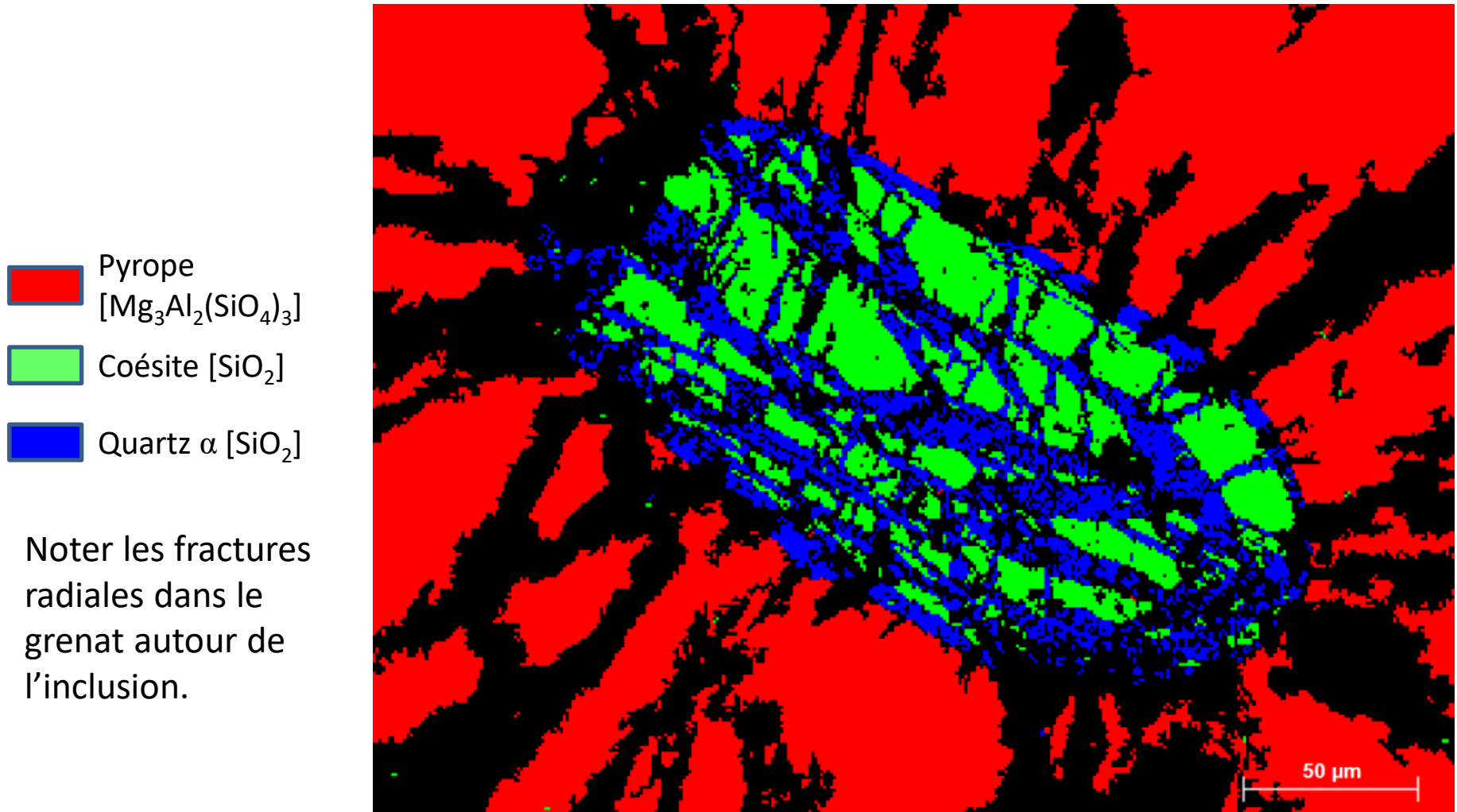
Noter les fractures radiales dans le grenat autour de l'inclusion.



Polymorphes de SiO₂ : Quartz α et Coésite

Quartzite à Coésite de Dora Maira (Alpes Italiennes).

Roche sédimentaire enfouie jusqu'à 100km de profondeur avant d'être exhumée.



Minéraux Polymorphes

Polymorphes de SiO_2 : Quartz α et Coésite

Quartzite à Coésite de Dora Maira (Alpes Italiennes).

Roche sédimentaire enfouie jusqu'à 100km de profondeur avant d'être exhumée.

La cathodoluminescence
Permet de mettre en
évidence des différences
de structures cristallines.

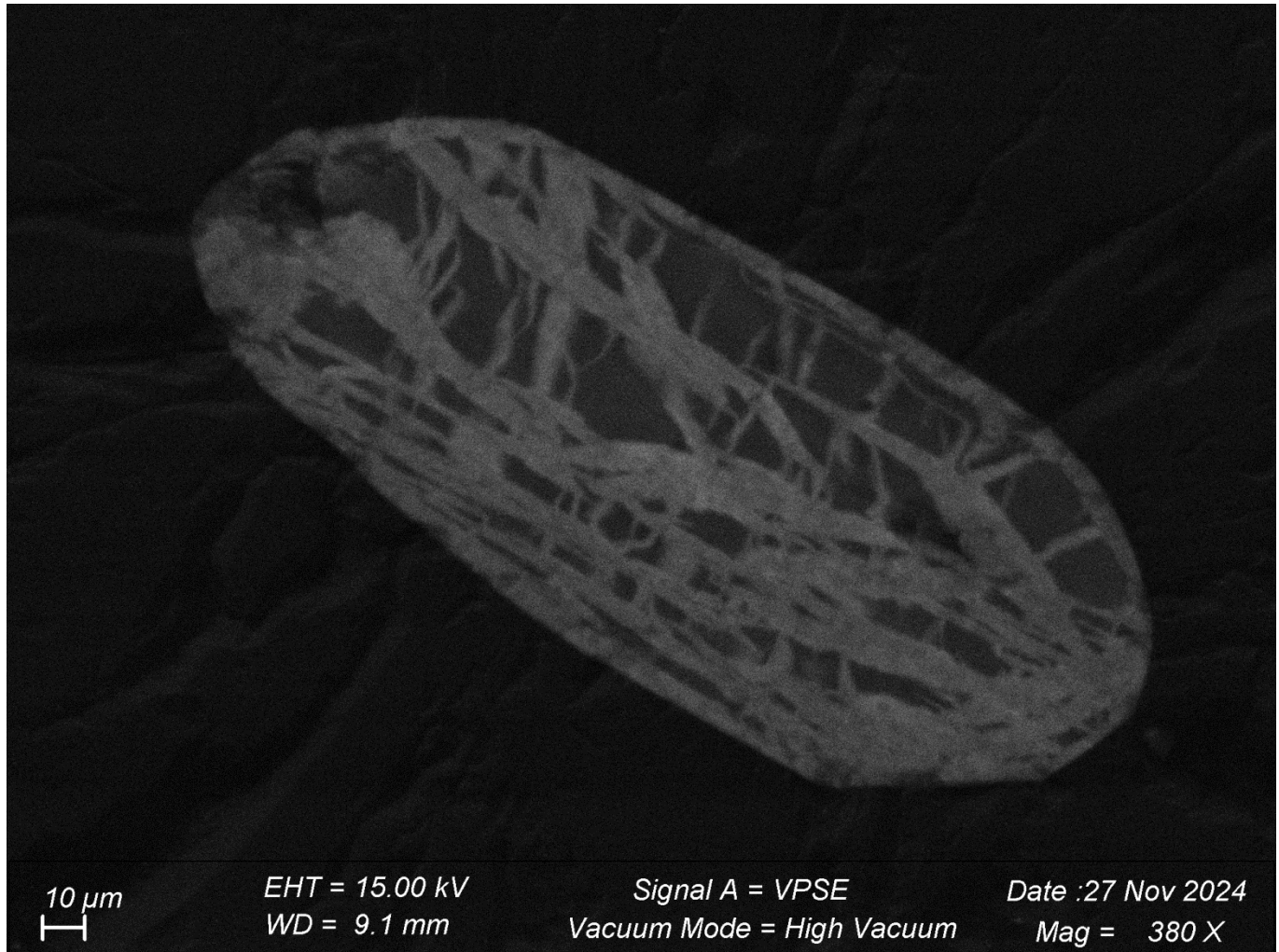
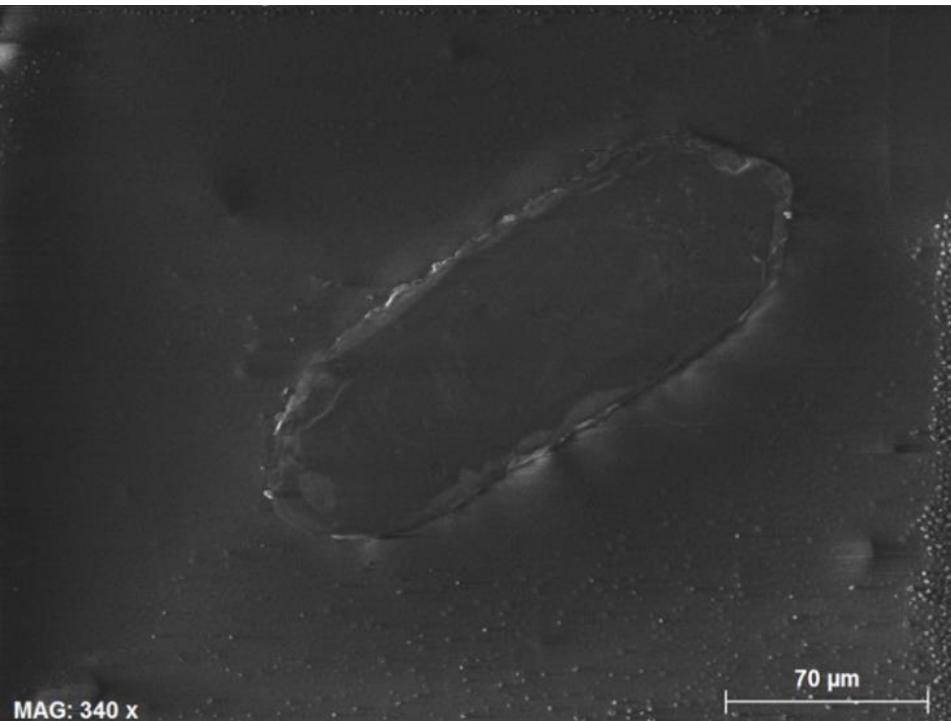
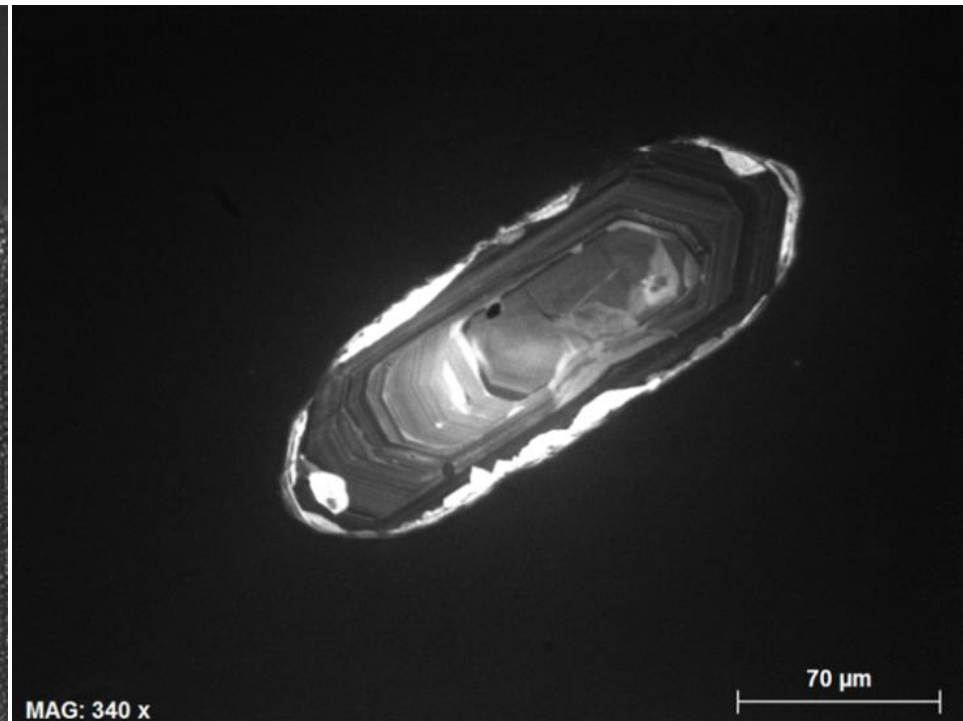


Image de cathodoluminescence

Cathodoluminescence dans des Zircons mettant en évidence des zonations concentriques.



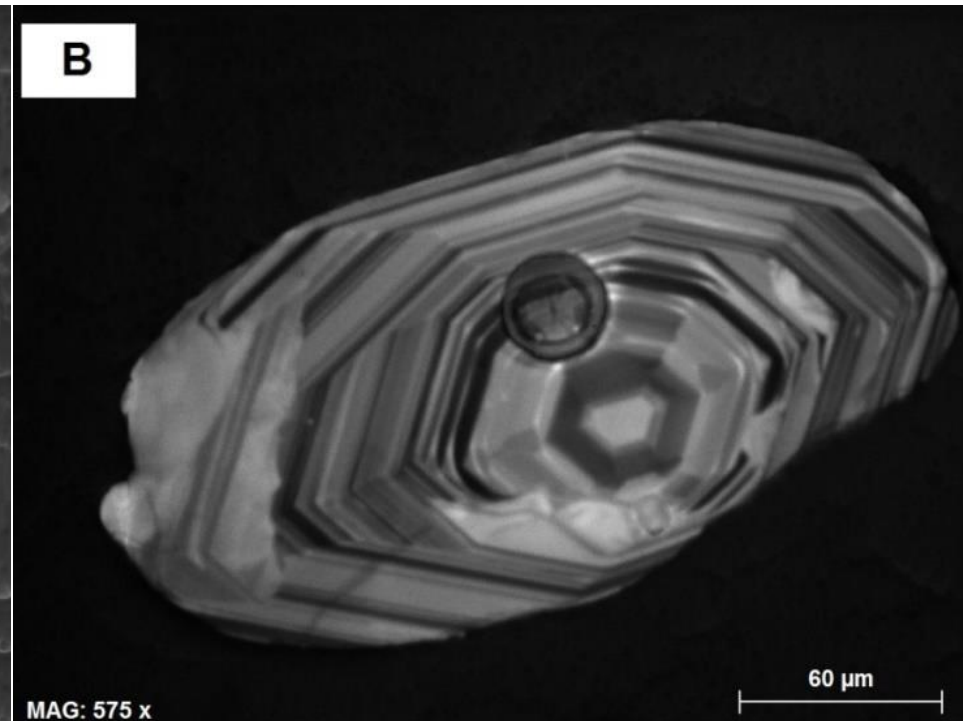
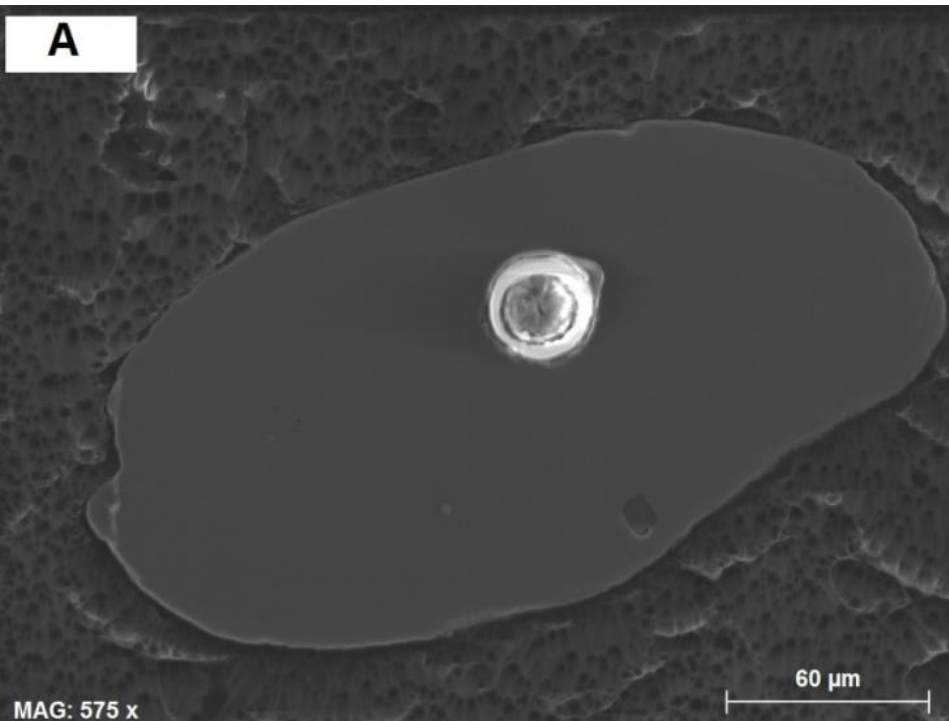
Images en SE



Images de Cathodoluminescence

Les zircons peuvent être datés par la méthode U/Pb. Les zonations observées vont aider à choisir les zones les plus pertinentes à dater.

Cathodoluminescence dans des Zircons mettant en évidence des zonations concentriques.



Images en SE

Images de Cathodoluminescence

Les zircons peuvent être datés par la méthode U/Pb. Les zonations observées vont aider à choisir les zones les plus pertinentes à dater.

Cathodoluminescence – Chondres à olivine

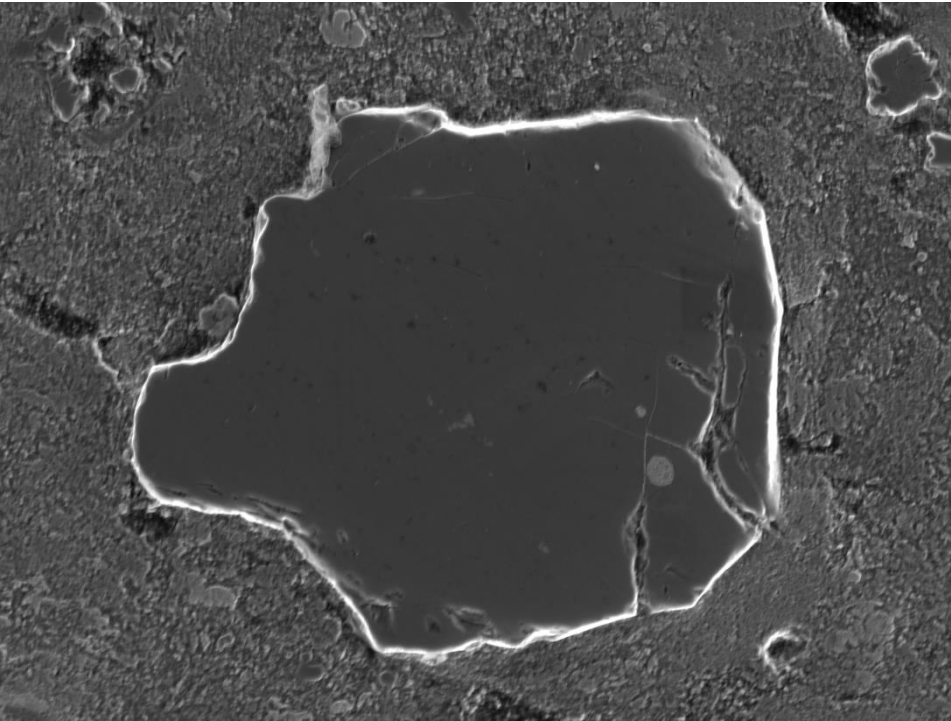


Image SE

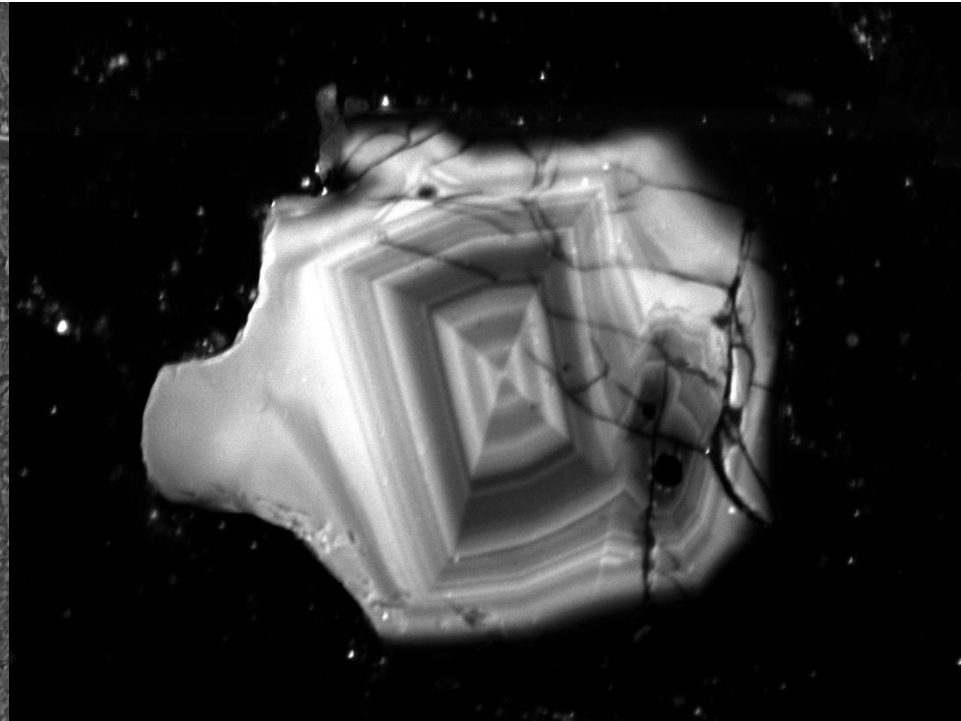


Image de cathodoluminescence

Chondre isolé dans la Chondrite carbonée NWA11086

L'élément activateur de cette cathodoluminescence est l'Aluminium

Conditions analytiques : Vide partiel ; HV =20 kV; Densité de courant =40 nA

Zonations dans les minéraux

Minéral de plagioclase relique dans un ferrobasalte du rift d'Asal.

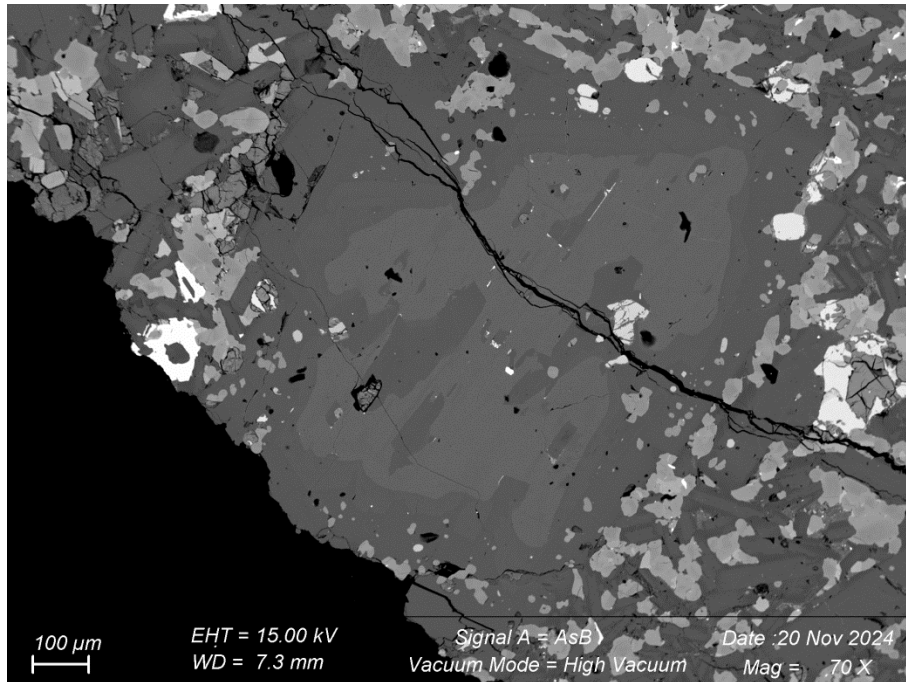


Image BSE.

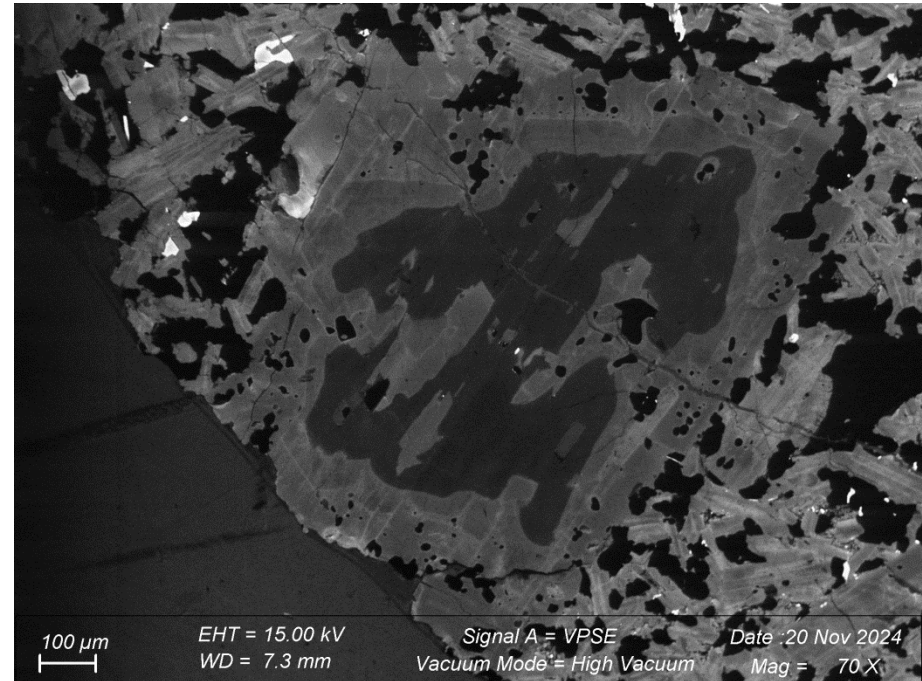


Image de Cathodoluminescence.

Minéral de plagioclase relique dans un ferrobasalte du rift d'Asal.

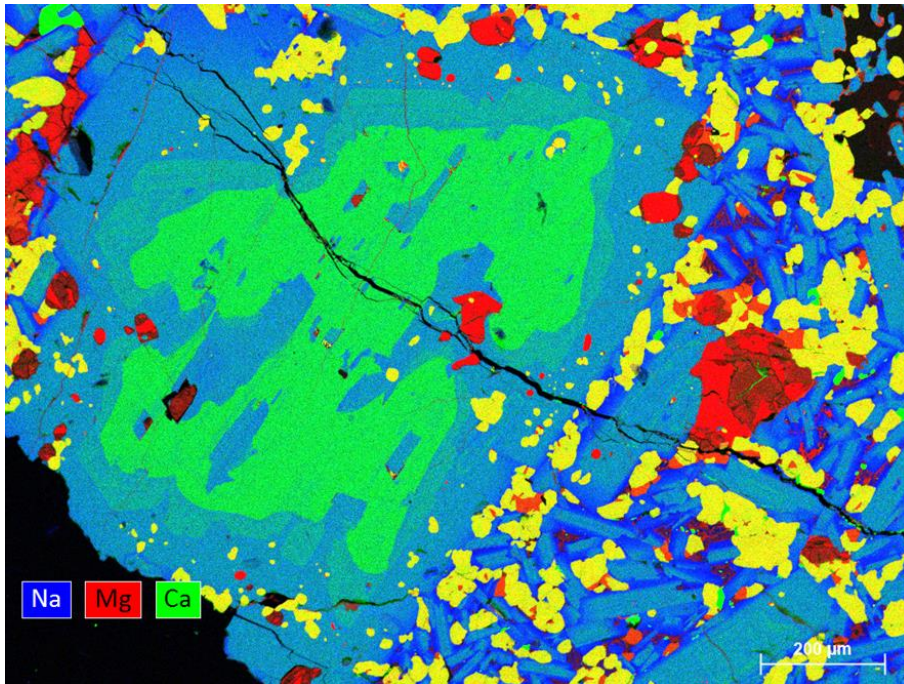


Image composite NaMgCa.

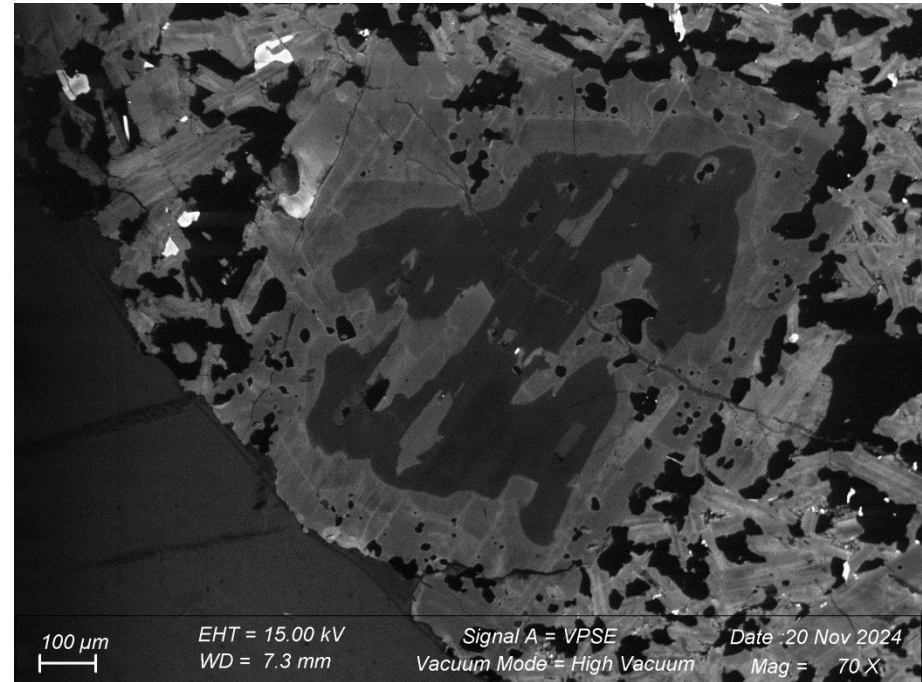
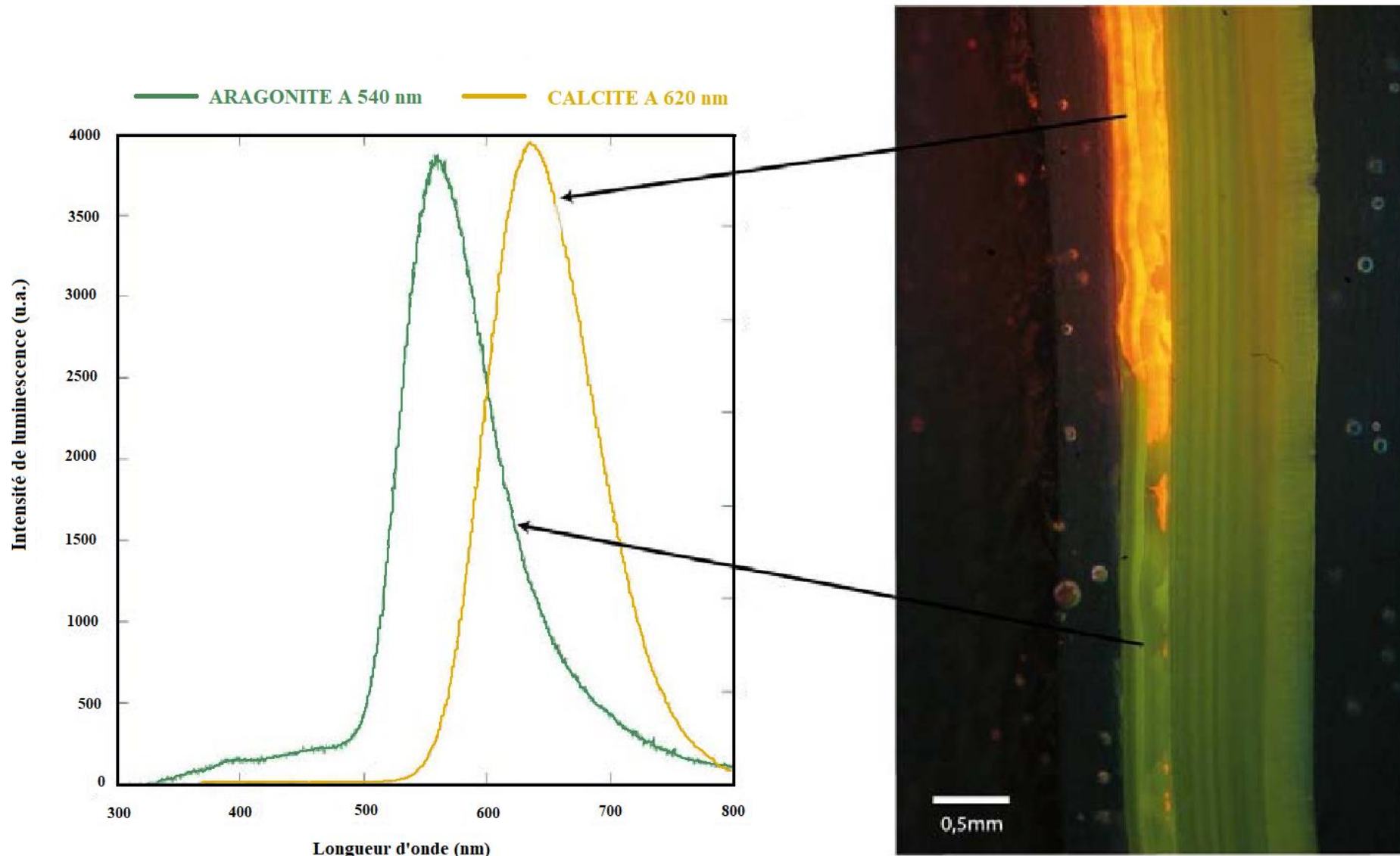


Image de Cathodoluminescence.

Apport de la cathodoluminescence



Spectres de cathodoluminescence sur une coquille d'Anodonte. © M. de Rafélis,,

Amiante : Historique



- **Antiquité:** 1ères utilisations
- **19^{ème} siècle:** Développement industriel
Extraction minière (90 % de la production mondiale issue du Canada/de la Russie/du Brésil/du Zimbabwe/de l'Afrique du Sud/de l'Australie)
Utilisation massive en particulier dans les produits du BTP
- **Années 1980:** Utilisation contrôlée
- **1997:** Interdite en France (*Décret 96-1133 du 24/12/1996*) car reconnue dangereuse.
Depuis le décret l'utilisation et la commercialisation de l'amiante sont totalement interdites en France
- **Publication de décrets, arrêtés, normes**



**Analyse et identification de
l'amiante dans les matériaux du
bâtiment et dans les roches naturelles**

**Identification et comptage des
fibres d'amiante dans l'air des
lieux de travail et dans les
immeubles bâtis**

Caractérisation des produits amiantés

**Analyse et identification de
l'amiante dans les matériaux du
bâtiment et dans les roches naturelles**

**Identification et comptage des
fibres d'amiante dans l'air des
lieux de travail et dans les
immeubles bâtis**

Activités réglementées et normalisées

Caractérisation des produits amiantés

Analyse et identification de
l'amiante dans les matériaux du
bâtiment et dans les roches naturelles

Identification et comptage des
fibres d'amiante dans l'air des
lieux de travail et dans les
immeubles bâtis

Activités réglementées et normalisées

Normes

NF EN ISO/CEI 17025

NFX 43-050

NFX 43-269

ISO 14966

HSG 248 / NFX 43-050

Documents du COFRAC

LABREF 26

LABREF 28

GTA 44

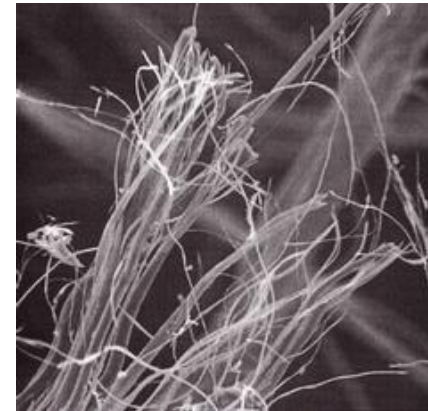
Variétés d'amiantes:

Deux groupes minéralogiques: **Serpentines** et **amphiboles**

Serpentines (phyllosilicates) :

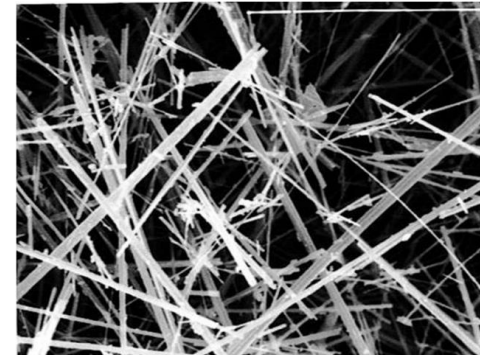
- **Chrysotile** (amiante blanc) entre 0,02 et 0,03 μm de diamètre (*Fibres courbées*).

Structure tubulaire montrant un canal central creux qui résulte de l'enroulement des feuillets du phyllosilicate autour de l'axe cristallographique X





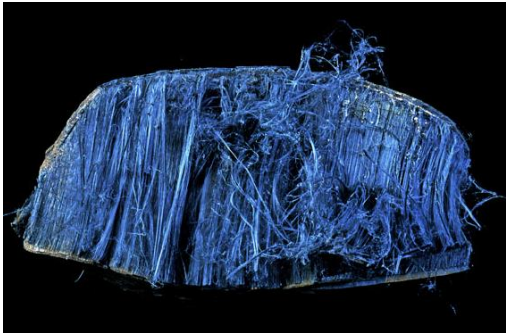
Amphiboles (Inosilicates à double chaîne):

- **Anthophyllite, Amosite, Crocidolite, Actinolite** et **Trémolite** entre 0,06 μm et 0,2 μm . *Fibres droites*






L'expertise collective de l'INSERM de 1996 a réaffirmé que toutes les variétés d'amiante sont cancérigènes

Variétés d'amiantes:

	SERPENTINE	AMPHIBOLES	
	Chrysotile	Amosite (Grunérite amiante)	Crocidolite (Riebeckite amiante)
Formules brutes	$\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	$(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_7(\text{Si}_8\text{O}_{22})(\text{OH})_2$	$\text{Na}_2\text{Fe}^{3+}_2\text{Fe}^{2+}_3\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$
Couleur	blanc	brun	bleu
Système Cristallin	Monoclinique	Monoclinique	Monoclinique
			

Variétés d'amiantes:

	AMPHIBOLES		
	Antophyllite	Actinolite	Trémolite
Formules brutes	$(\text{Mg,Fe})_7\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	$\text{Ca}_2(\text{Mg,Fe})_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	$\text{Ca}_2\text{Mg}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_4$
Couleur	gris (non spécifique)	Verdâtre (non spécifique)	Blanc (non spécifique)
Système Cristallin	Orthorhombique	Monoclinique	Monoclinique
			

Amiante : Généralités

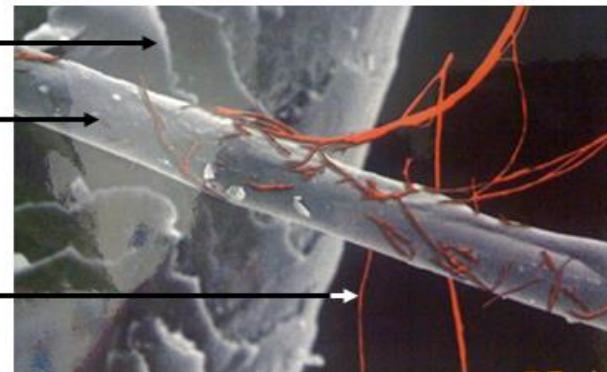
Comparatif de la taille des fibres d'amiante:

Taille des fibres d'amiante comparées à d'autres fibres et nombre de fibrilles pour un diamètre de 1 millimètre:

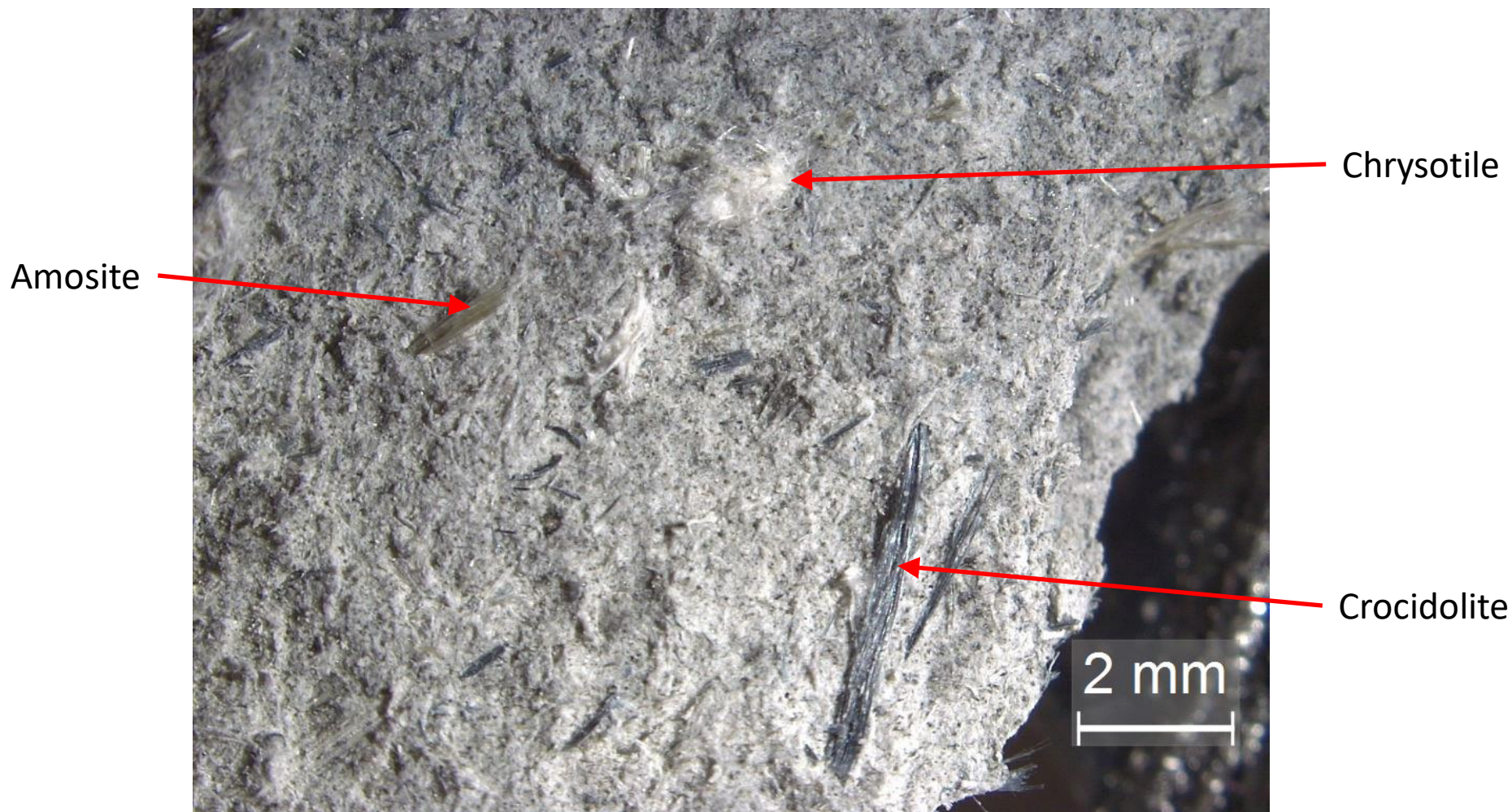
Sources INRS

Fibres	Ordre de grandeur des \varnothing des fibres unitaires en μm ⁽¹⁾	Nombre de fibrilles pour une largeur de 1 mm
Chrysotile	0,020	50 000
Crocidolite	0,080	12 500
Amosite	0,100	10 000
Fibres de verre	7,000	143
Nylon	7,500	133
Laine	20,000	50
Cheveu humain	40,000	25

(1) 1 μm = 1 micromètre = un millionième de mètre.

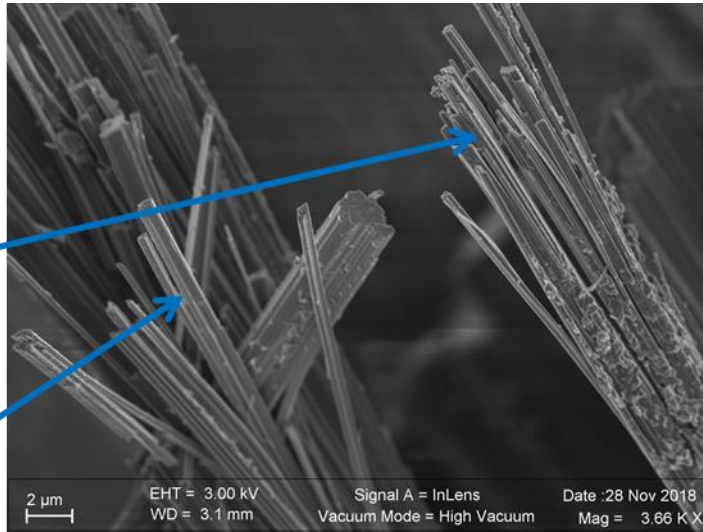


Caractérisation des produits amiantés



Fibrociment industriel à 3 amiantes

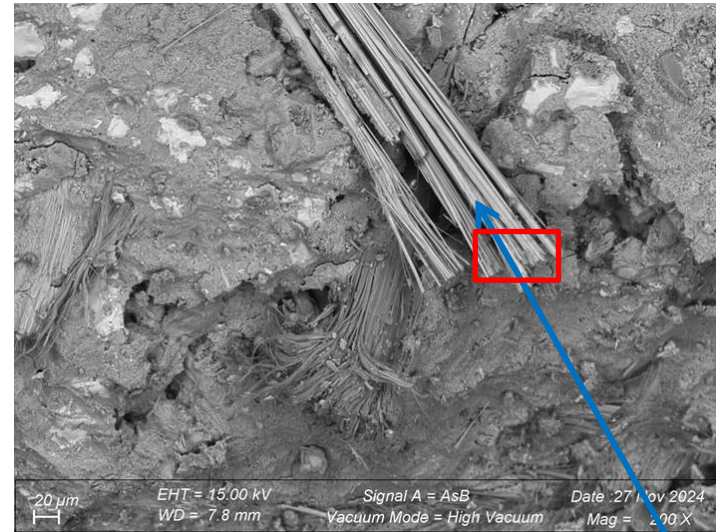
Caractérisation des produits amiantés



Amosite

Chrysotile

Image SE (InLens)



Crocidolite

Image BSE

Caractérisation des produits amiantés

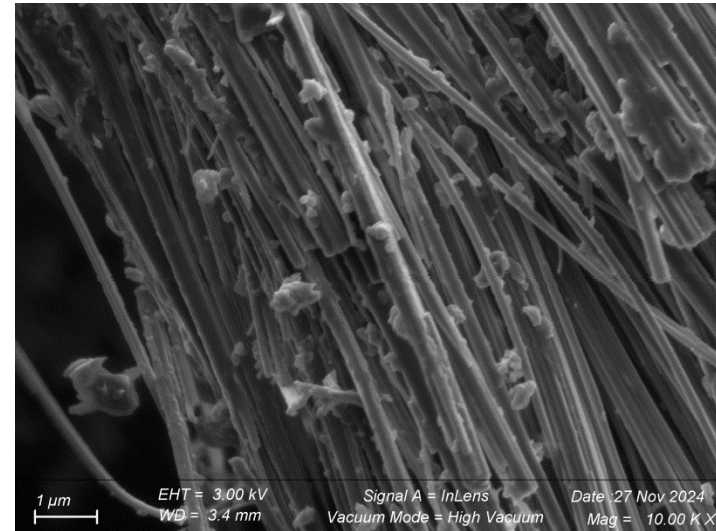
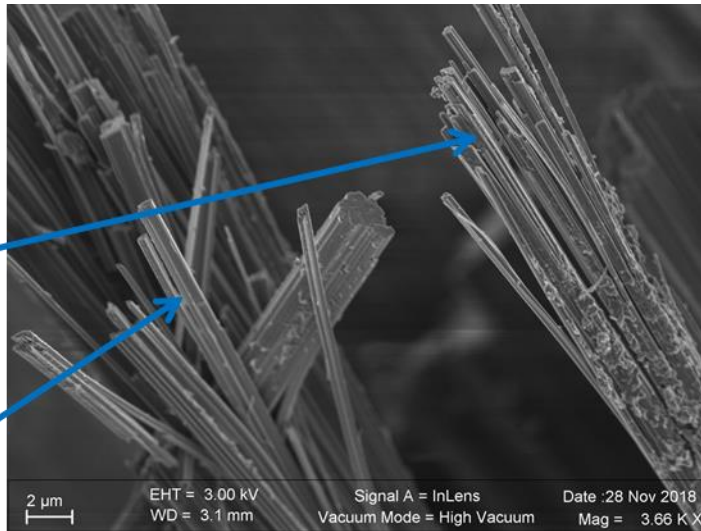
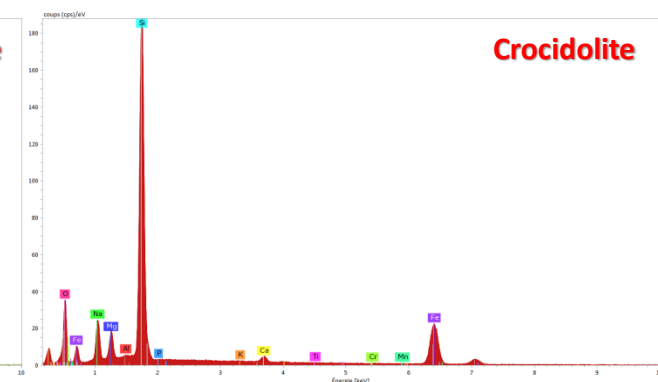
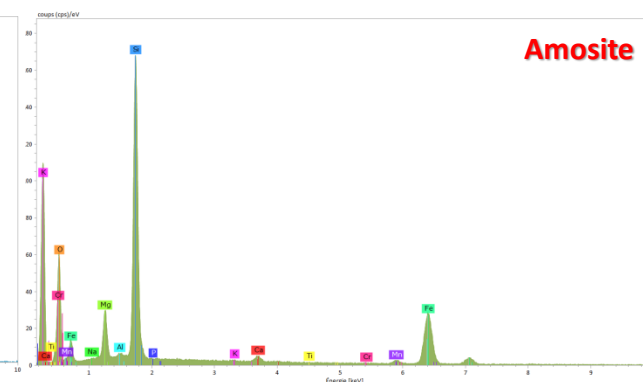
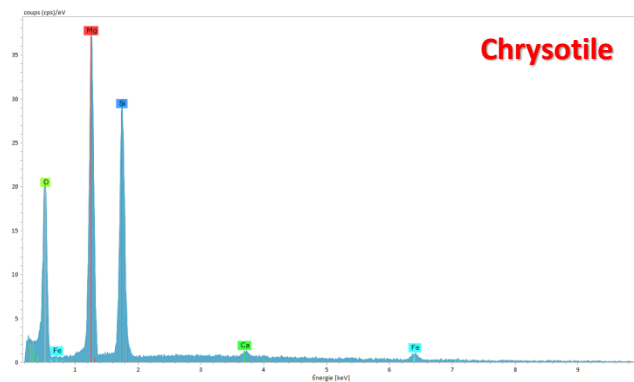


Image SE (InLens)

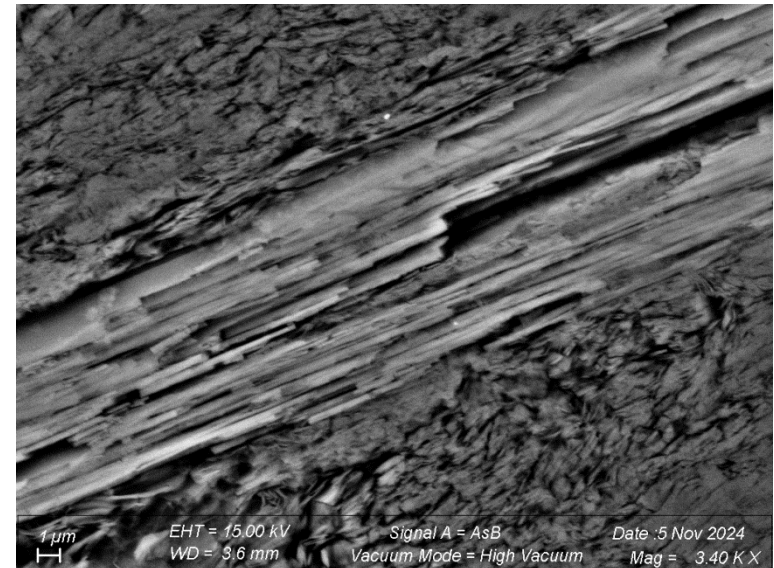
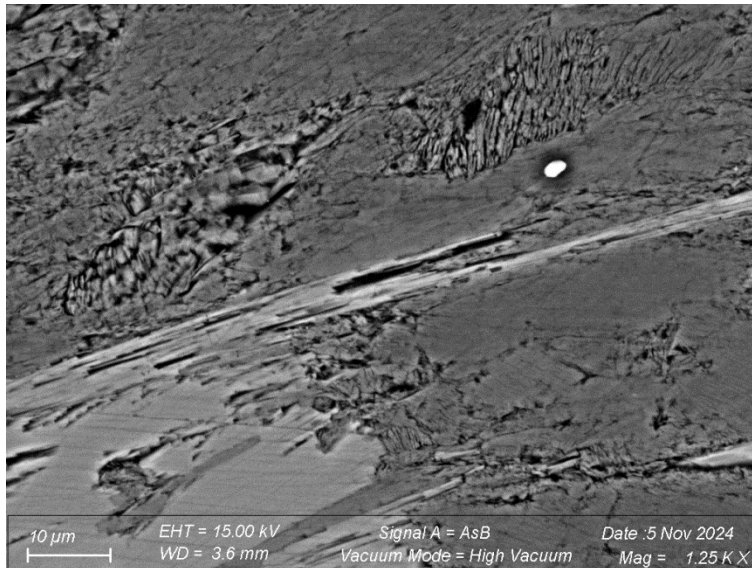
Image SE (InLens)

Un faisceau d'une largeur de 1 mm = 50000 fibrilles

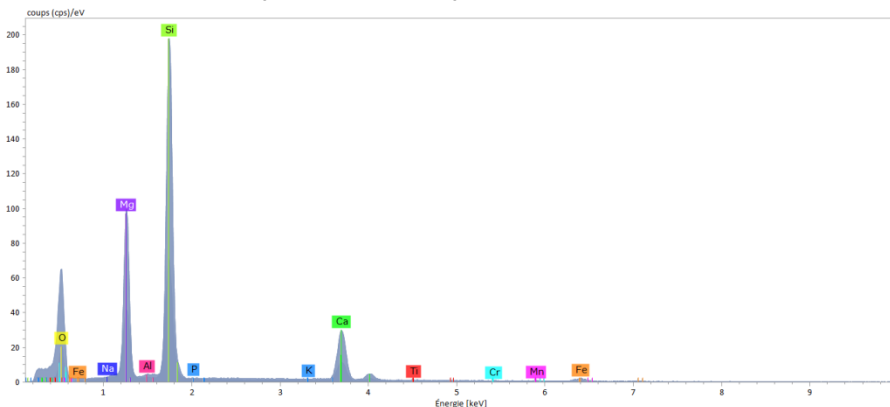


Caractérisation de l'Amiante environnementale

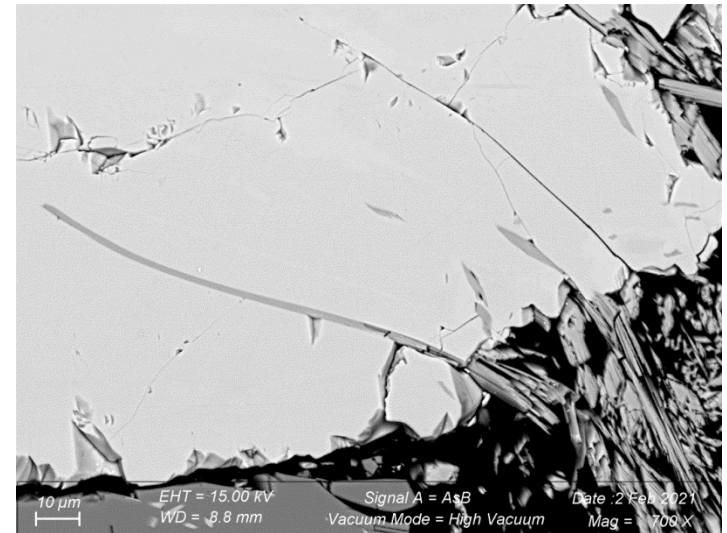
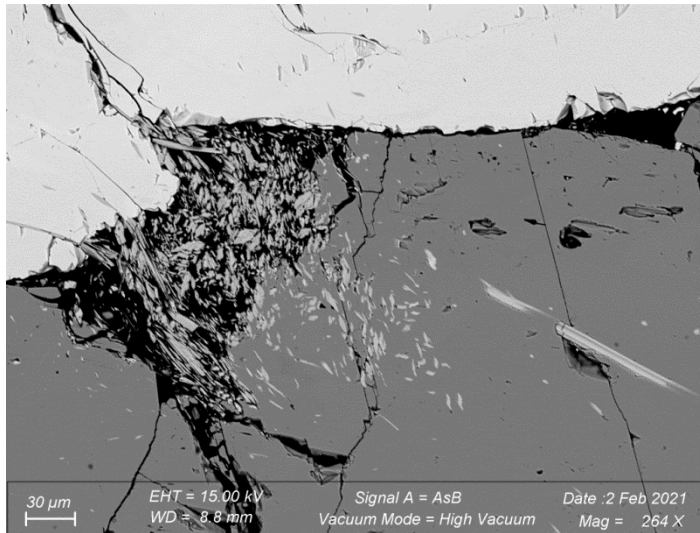
Des minéraux au faciès amiantiforme peuvent se trouver de manière naturelle dans des roches basiques et ultrabasiques (Chrysotile et amphiboles), ainsi que dans beaucoup de roches du faciès schistes verts (Trémolite – Actinolite).



Amphibole fibreuse (trémolite) dans une roche ultramafique de l'Alpe d'huez

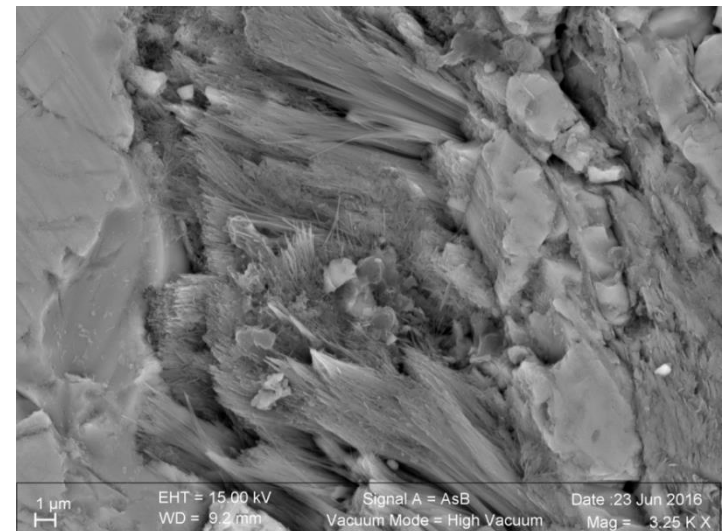
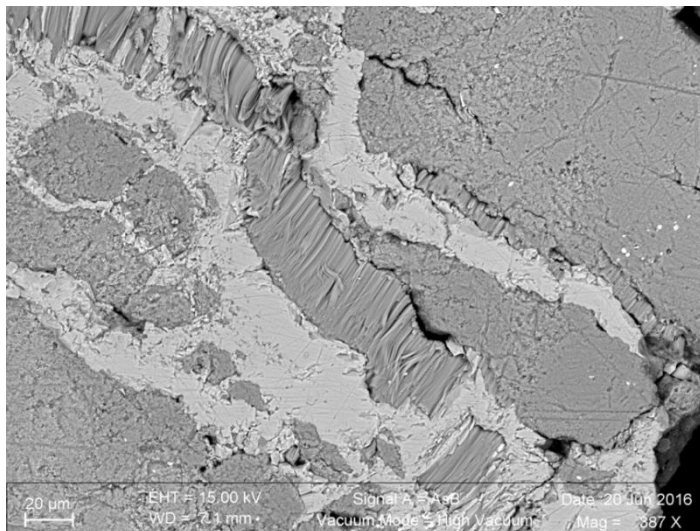


Caractérisation de l'Amiante environnementale



Amphibole fibreuse (trémolite-Actinolite) dans une Amphibolite à épidote Alpine

Images BSE



Veine de chrysotile dans une serpentinite ultrabasique

Problèmes liées à la caractérisation des Amiantes au MEB:

Réglementation :

- La législation française impose que la caractérisation de l'amiante (Analyse et identification de l'amiante dans les matériaux du bâtiment et dans les roches naturelles) soit soumise à l'accréditation COFRAC (**C**omité **F**rançais d'Accréditation).
- C'est une activité normalisée, la caractérisation au MEB doit se faire conjointement avec une caractérisation au Microscope Optique à Lumière Polarisée.

Caractériser la structure cristalline sans ambiguïté (exigence normative):

- L'accès aux informations sur la structure cristalline n'est pas une chose facile au MEB. La préparation pour l'analyse EBSD peut être lourde.
- La caractérisation des serpentines en EBSD est une mission impossible.
- La taille des fibres, dans certains cas, peut rendre le problème insurmontable.

C'est pour toutes ces raisons que l'outil actuellement le plus utilisé pour la caractérisation de l'amiante c'est le Microscope Electronique à Transmission.



A scanning electron micrograph (SEM) showing a mineral surface. The central part of the image is dominated by a dense, regular array of small, rectangular, plate-like crystals. These crystals are oriented in a way that creates a strong three-dimensional grid pattern. To the right and in the background, there are larger, more irregular mineral structures, some showing clear cleavage planes. The overall texture is highly crystalline and complex.

Merci pour votre attention

10 μm

EHT = 7.00 kV

Signal A = SE2

Date : 31 Mar 2009

WD = 6.1 mm

Mag = 519 X