



Ecole d'été de microscopie électronique à balayage et de microanalyses
Cité scientifique de Lille, du 2 au 6 juillet 2012

STAGE NIVEAU 1 – TD au choix - TD analyse WDS (durée 1^h30)

Coordinateur : Guillaume Wille, Jacky Ruste

g.wille@brgm.fr, BRGM, 3 avenue Claude Guillemin, BP 36009, 45060 Orléans cedex 2

jacky.ruste@free.fr,

Analyse par WDS d'une apatite

L'apatite est un phosphate de calcium de composition $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH},\text{Cl},\text{F})$. Le but du TD est d'analyser ce minéral.

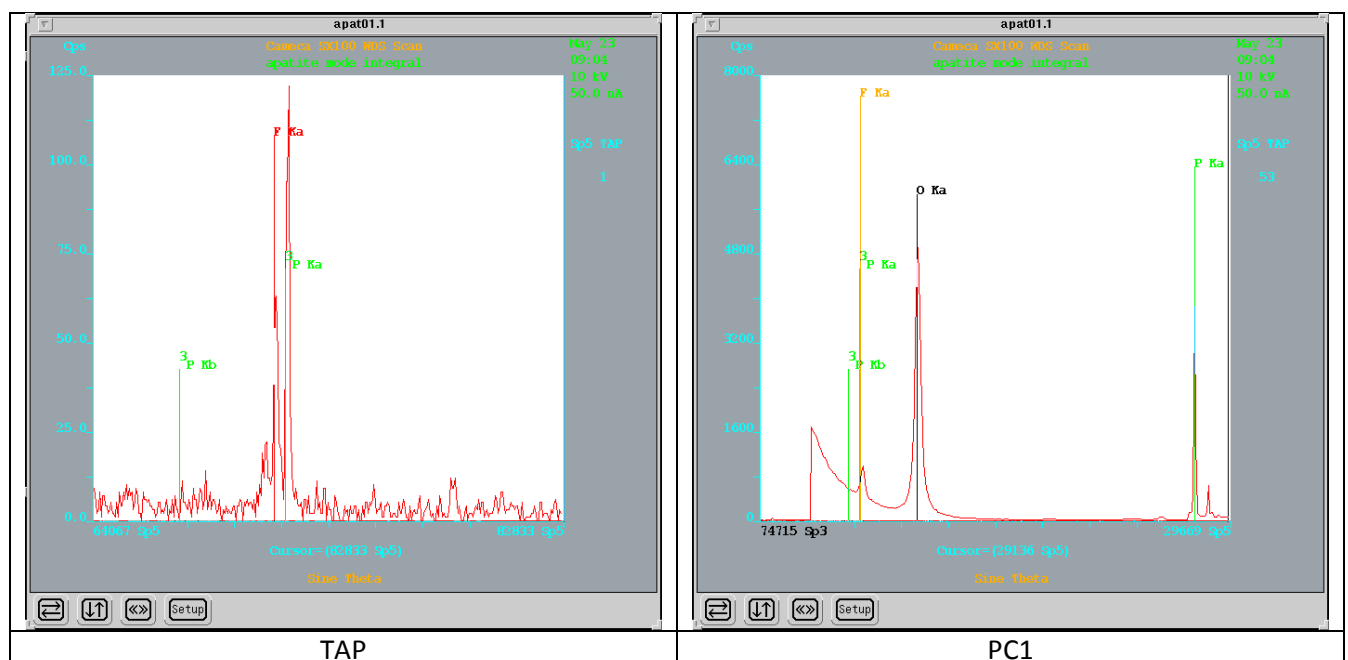
1- Description de la microsonde

Description du système (spectromètres, cristaux, colonne électronique...)

2 - Spectres WDS du fluor et de l'apatite

Acquérir un spectre WDS de la fluorapatite sur les différents cristaux. Identifiez les pics obtenus. Que constatez-vous ?

Comparez les spectres WDS de F sur les cristaux TAP et PC1 (ou équivalent). Comparer les spectres obtenus. Quelle influence vos constatations auront-elles sur le choix des conditions d'analyse ?



Acquérir un spectre WDS de l'apatite sur les cristaux TAP, PET et LiF. Identifiez les pics obtenus. Que constatez-vous ?

	PET	TAP	LiF	PC1
Ca	38382			
P	70367	23916		
O				40234
F		71157		30532
Cl	54033			

3 - Analyse quantitative de l'apatite

- Choix des raies utilisées pour l'analyse. En déduire les cristaux utilisables et les fonds utilisés.
- Choix des conditions de faisceau : par rapport à l'observation de l'échantillon, après l'acquisition d'un spectre WDS (chapitre 2), comment doit s'orienter le choix des conditions de faisceau
- Choix des standards : à l'aide des tables, expliquer l'intérêt d'utiliser une apatite comme standard pour le phosphore
- Calibrer la sonde pour Ca en utilisant le standard apatite
- Enregistrez 2 programmes pour une analyse en % massiques d'oxydes (valences Ca : 2, P : 5) : programme 1 avec uniquement Ca et P, programme 2 avec Ca, P, F, Cl (valences F et Cl : 0)
- Réaliser une analyse de l'échantillon avec le programme 1. Conclure sur le bouclage de l'analyse.
- Réaliser une analyse de l'échantillon avec le programme 2. Comparez avec le résultat obtenu sur le programme 1.

Pour les analyses, O est calculé par stœchiométrie (Cl et F mis à valence 0).
Quelle correction doit-on faire, du fait de la valence de F et Cl ?