

TP de complément de minéralogie

Le microscope électronique (SEM)

La microscopie électronique est une technique de microanalyse permettant une analyse chimique qualitative et quantitative de particules aussi petites que $5\mu\text{m}$.

Principe de la méthode :

Un canon à électrons (filament de tungstène) produit par chauffage avec un courant de 10^{-10} A un faisceau d'électrons. Ce faisceau est accéléré par l'application d'une tension d'accélération de 5 à 40kV.

Il est ensuite focalisé par une série de lentilles magnétiques.

Enfin, 2 paires de bobines de balayage vont imprimer une déflexion rapide du faisceau permettant un balayage selon X et Y d'une portion de la surface de l'échantillon.

L'échantillon est introduit sous vide dans la chambre ($P=10^{-5}$ torr).

Lorsque le faisceau électronique entre en contact avec la surface de l'échantillon, les électrons réagissent avec la matière pour produire :

- **Des électrons rétrodiffusés :**
 - o Electrons qui subissent une collision élastique lors du contact avec l'échantillon.
 - o La quantité d'électrons rétrodiffusés augmente avec le numéro atomique ce qui nous donne une image présentant un contraste **information chimique**.
- **Des électrons secondaires :**
 - o Electrons éjectés des atomes de l'échantillon par les électrons du faisceau.
 - o Leurs très faibles énergies ne leur permettent de traverser qu'une faible couche de matière (quelques nm) ce qui permet d'obtenir des **informations sur le relief**.
- **Les rayons X :**
 - o Rayonnement produit par l'éjection d'un électron des couches intérieures de l'atome. Le vide ainsi formé est comblé par une transition électronique depuis les couches extérieures de l'atome.
 - o Les transitions électroniques se font avec émissions de rayons X d'énergies caractéristiques de l'atome. C'est cette énergie qui permet de connaître **la composition chimique**.

Analyse chimique :

Analyse qualitative :

Basées sur l'interprétation des spectres de rayons X. Chaque atome émet un spectre de rayons X typique en fonction de l'énergie de ses transitions électroniques. Les atomes les plus lourds émettent des rayons X de plus haute énergie.

Les **raies K** présentent un rapport **1/10** entre les raies α , β et γ .

Les **raies L** présentent un rapport $\frac{1}{2}$ entre les raies α , β et γ .

Analyse quantitative :

L'analyse quantitative est basée sur une comparaison entre les rayons X émis par l'échantillon et ceux émis par un standard.

$$C_{\text{standard}} / C_{\text{échantillon}} = I_{\text{standard}} / I_{\text{échantillon}}$$

C = concentration

I = Intensité des rayons X

Cependant, en pratique, on corrige cette équation pour les effets de matrice par l'utilisation de la méthode ZAF.

Où : - Z est la correction due au numéro atomique.
- A est la correction de l'absorption.
- F est la correction de la fluorescence.

Cette méthode permet d'obtenir des pourcentages en poids d'oxydes pour les différents cations présents dans l'échantillon.

En connaissant le minéral concerné, nous pouvons à partir de ces informations recalculer la formule structurale.