

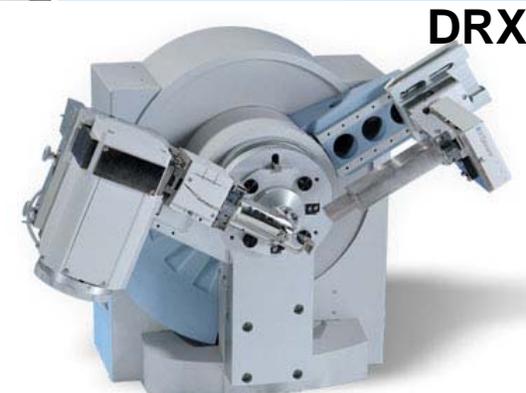
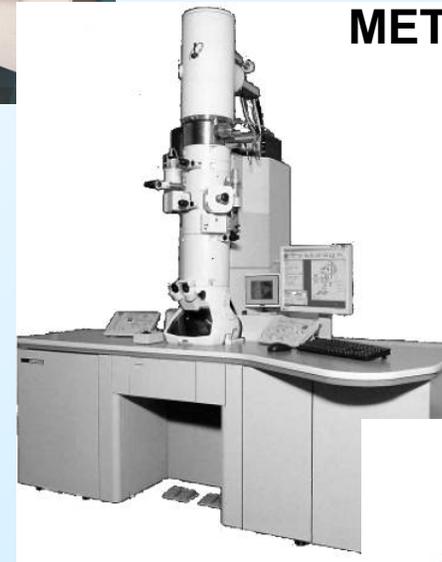
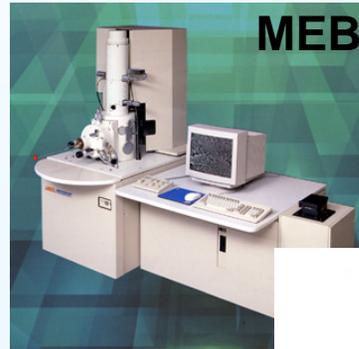
# Techniques Analytiques en Sciences de la Terre

## Quelques techniques de la Minéralogie

Anne-line AUZENDE



## Pourquoi s'intéresser aux méthodes analytiques ?



# Plan du cours

Rappel historique sur les avancées de la minéralogie

L'objet en Sciences de la Terre

Techniques analytiques

Diffraction des rayons X

Microscopie Electronique en Balayage (MEB)

Microscopie Electronique en Transmission

Exemple d'une étude intégrée

# Plan du cours

## Rappel historique sur les avancées de la minéralogie

L'objet en Sciences de la Terre

Techniques analytiques

Diffraction des rayons X

Microscopie Electronique en Balayage (MEB)

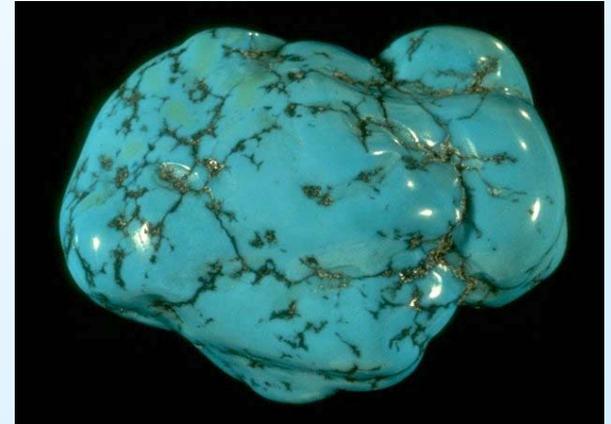
Microscopie Electronique en Transmission

Exemple d'une étude intégrée

# Antiquité

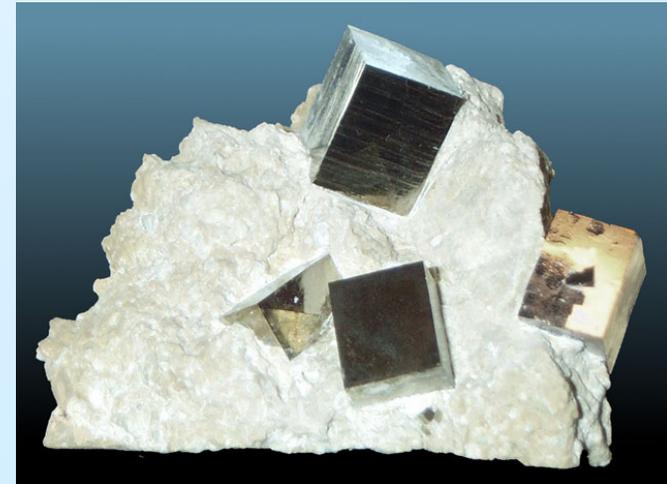
- **3000 BC**

Les Égyptiens exploitent les mines de turquoise



- **300 BC**

Théophraste décrit les formes régulières des cristaux (Grèce)



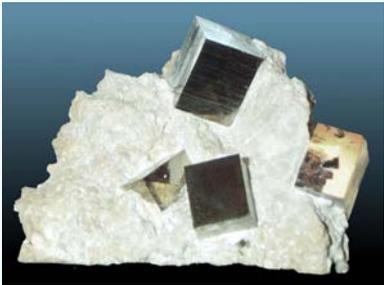
# Antiquité

- **64 BC** Strabo étudie le Quartz ( aux Indes ) et introduit le mot grec "κρυσταλλος »
- **50** Pline l'Ancien décrit le Quartz dans son Histoire Naturelle



# XVII<sup>ème</sup>-XIX<sup>ème</sup> siècles

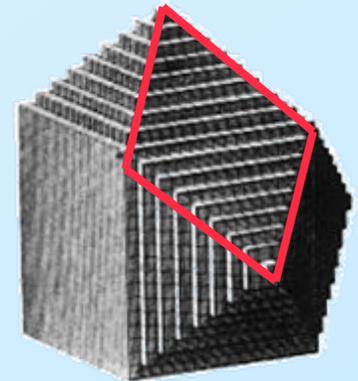
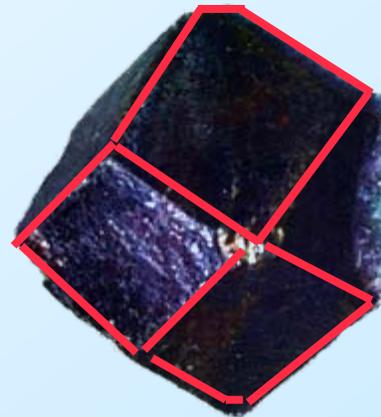
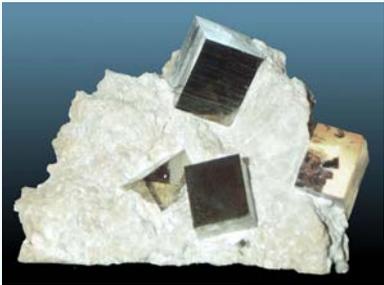
- **1783** Romé de Lisle définit la loi de constance des angles



# XVII<sup>ème</sup>-XIX<sup>ème</sup> siècles

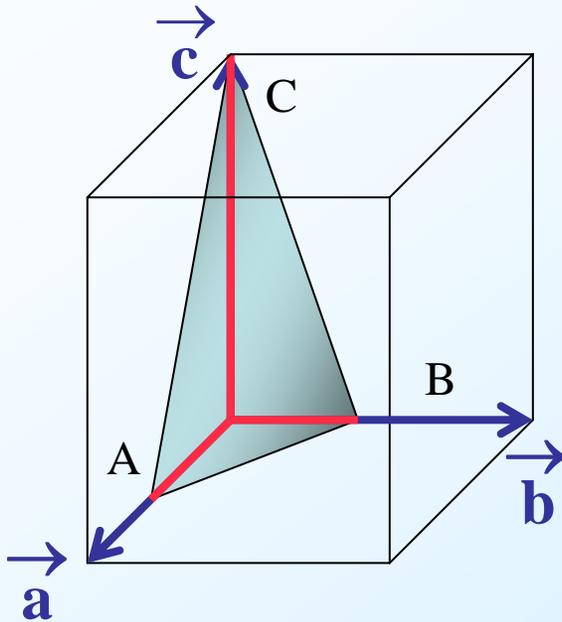
- **1783** Romé de Lisle définit la loi de constance des angles
- **1801** Haüy introduit la loi des « troncatures simples »

Les lois fondamentales de la morphologie cristalline sont établies



# XVII<sup>ème</sup>-XIX<sup>ème</sup> siècles

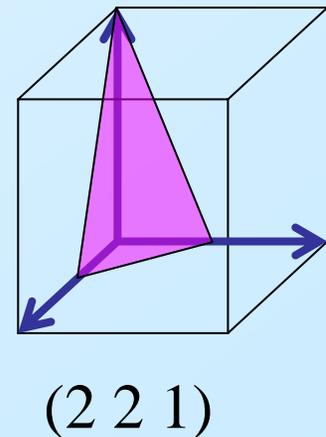
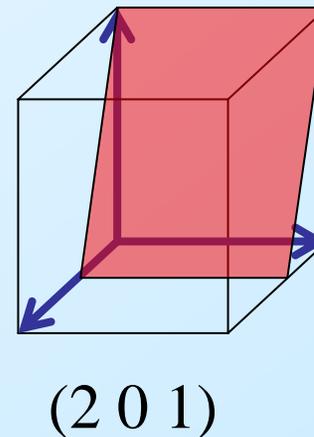
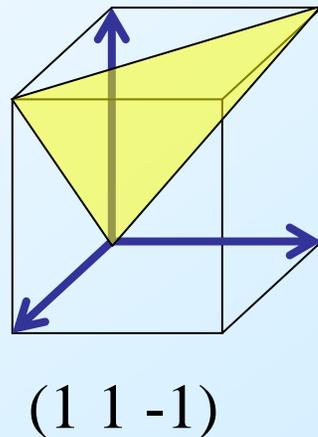
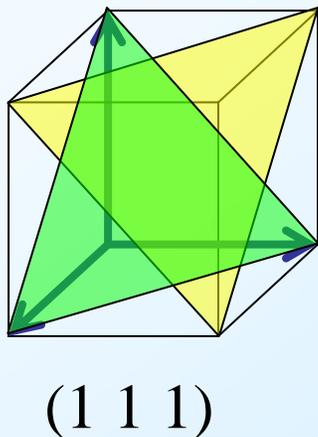
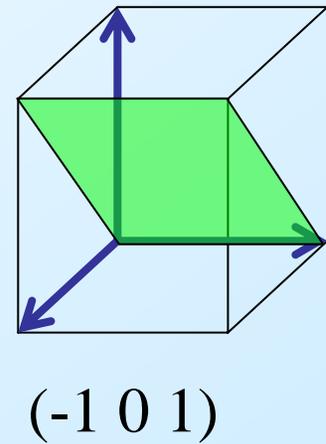
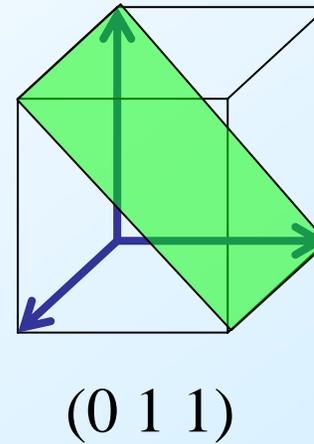
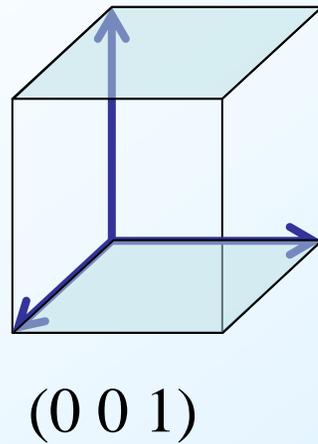
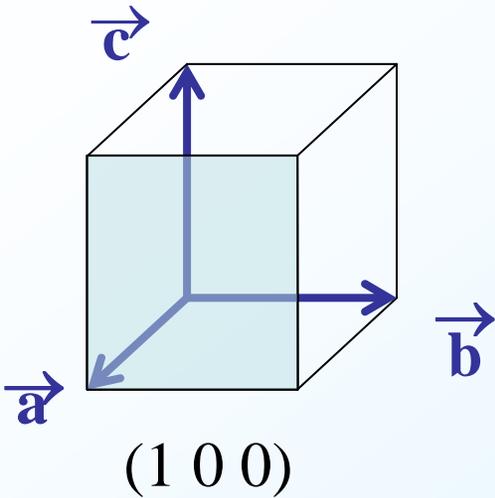
- **1839** Miller utilise les *Indices de Miller* pour désigner les faces d'un cristal



$$\left. \begin{array}{l}
 \mathbf{OA} = 1/2 \mathbf{a} \\
 \mathbf{OB} = 1/2 \mathbf{b} \\
 \mathbf{OC} = \mathbf{c}
 \end{array} \right\} hkl = 221$$

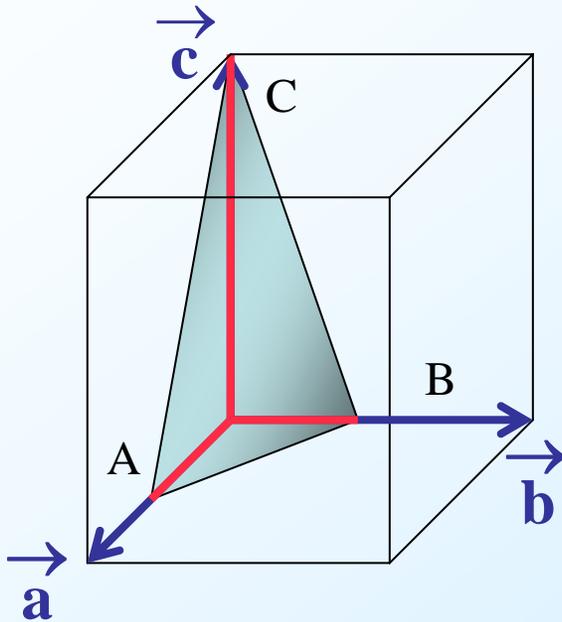
# Plans cristallographiques

- Exemples :

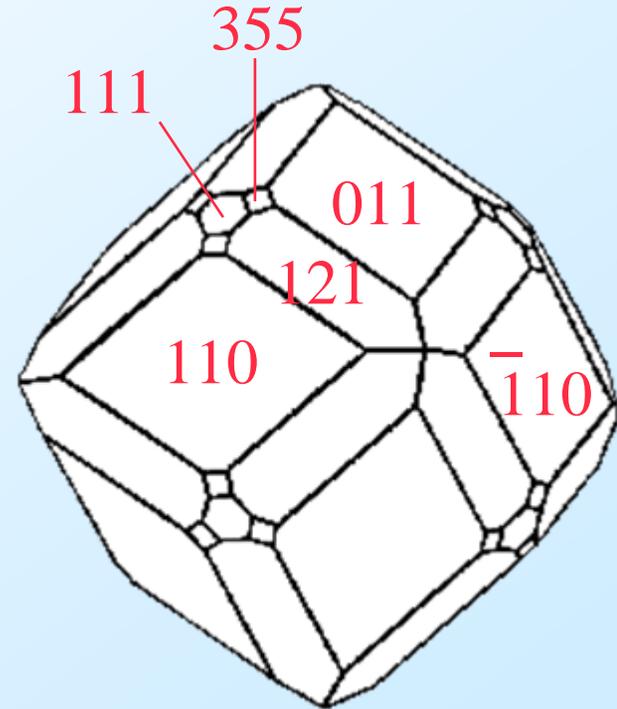


# XVII<sup>ème</sup>-XIX<sup>ème</sup> siècles

- **1839** Miller utilise les *Indices de Miller* pour désigner les faces d'un cristal

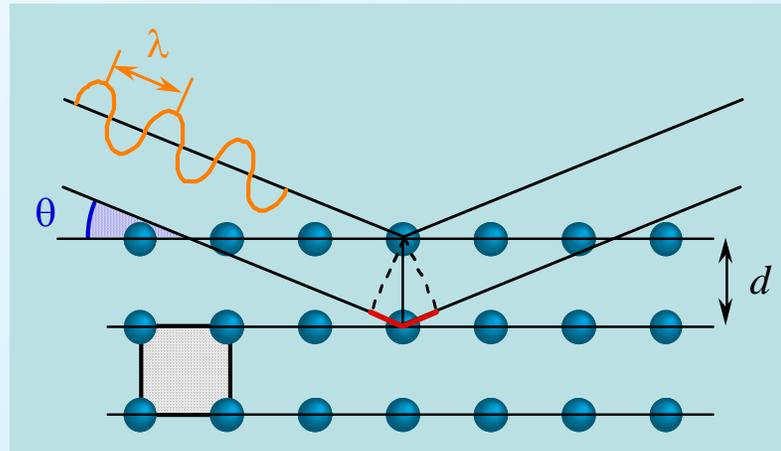


$$\left. \begin{array}{l} \mathbf{OA} = 1/2 \mathbf{a} \\ \mathbf{OB} = 1/2 \mathbf{b} \\ \mathbf{OC} = \mathbf{c} \end{array} \right\} hkl = 221$$



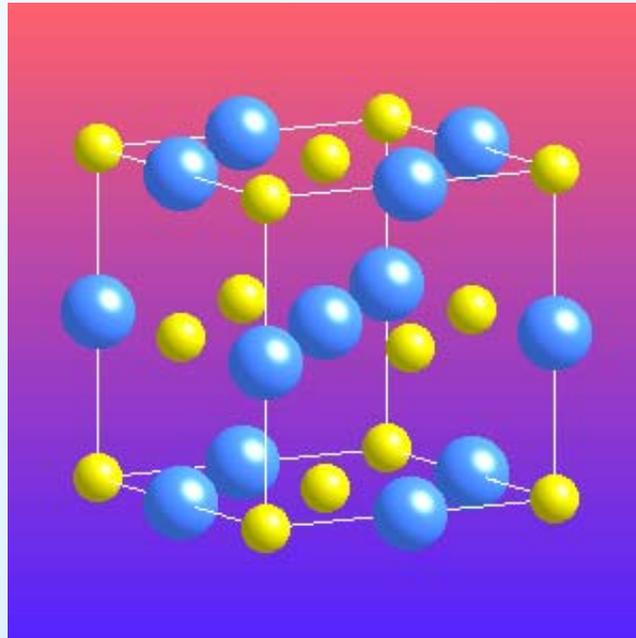
# XVII<sup>ème</sup>-XIX<sup>ème</sup> siècles

- **1890** Sohncke, Federov, Schönfleiß & Barlow développent la théorie de la symétrie interne cristalline - mais ne disposent pas de faits expérimentaux pour valider leurs théories
- **1912** Friedrich, Knipping & von Laue découvrent la diffraction des rayons X par les cristaux



# XX<sup>ème</sup> siècle

- **1913** W.H. & W.L. Bragg utilisent la diffraction des rayons X pour résoudre la structure du NaCl (& ensuite diamant etc...)



# XX<sup>ème</sup> siècle

- **1916** Expériences de Debye & Scherrer de diffraction des poudres
- **1932** Ruska met au point le premier microscope électronique en transmission  
*(prix Nobel en 1986)*
- **1936** Halaban & Preiswerk - diffraction des neutrons par un cristal

# XX<sup>ème</sup> siècle

- **1974** Iijima - Première observation de défauts ponctuels dans des structures par microscopie électronique en transmission (MET)

0.19 nm

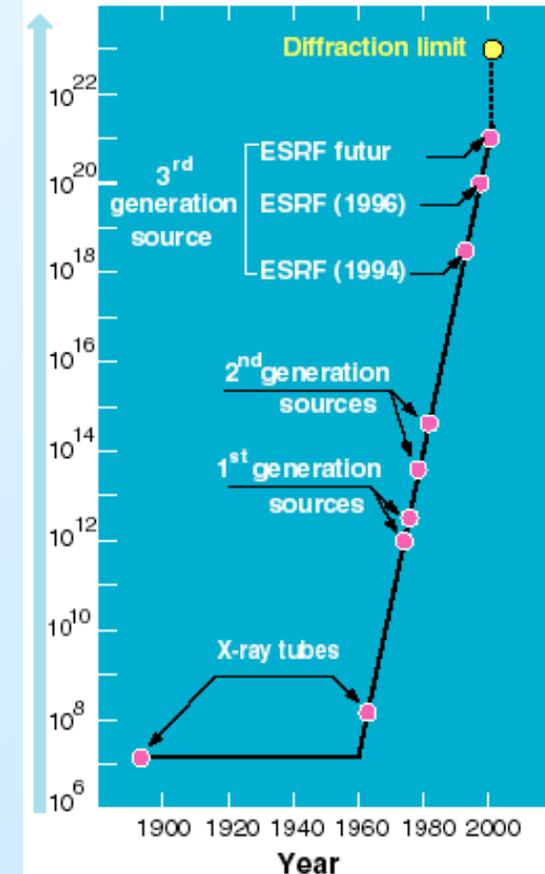


# XX<sup>ème</sup> siècle

- **1980** Rayonnement Synchrotron  
intensité des rayons X  $\times 10^{12}$   
depuis 1994 : ESRF Grenoble

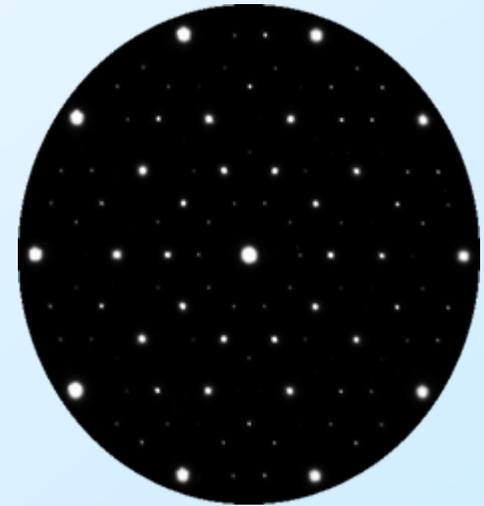
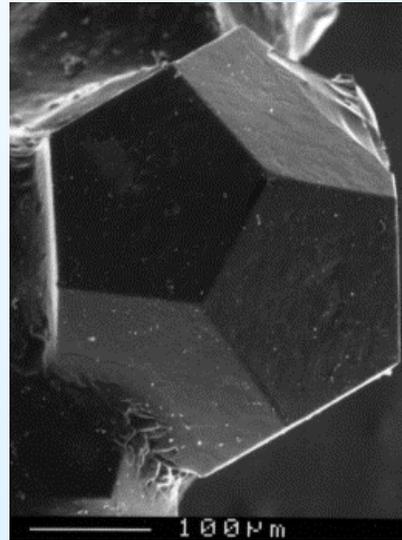
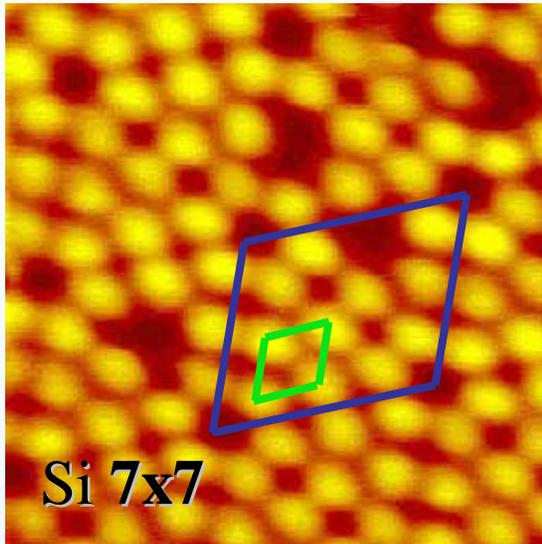


Brilliance of the X-ray beams  
( photons / s / mm<sup>2</sup> / mrad<sup>2</sup> / 0.1% BW )



# XX<sup>ème</sup> siècle

- **1982** Microscope à balayage à effet tunnel (STM) puis Microscopie à Force Atomique (AFM)



- **1984** Découverte des quasi-cristaux (Schechtman et al.)

# Plan du cours

Rappel historique sur les avancées de la minéralogie

**L'objet en Sciences de la Terre**

Techniques analytiques

Diffraction des rayons X

Microscopie Electronique en Balayage (MEB)

Microscopie Electronique en Transmission

Exemple d'une étude intégrée

## Qu'est ce qu'un cristal?

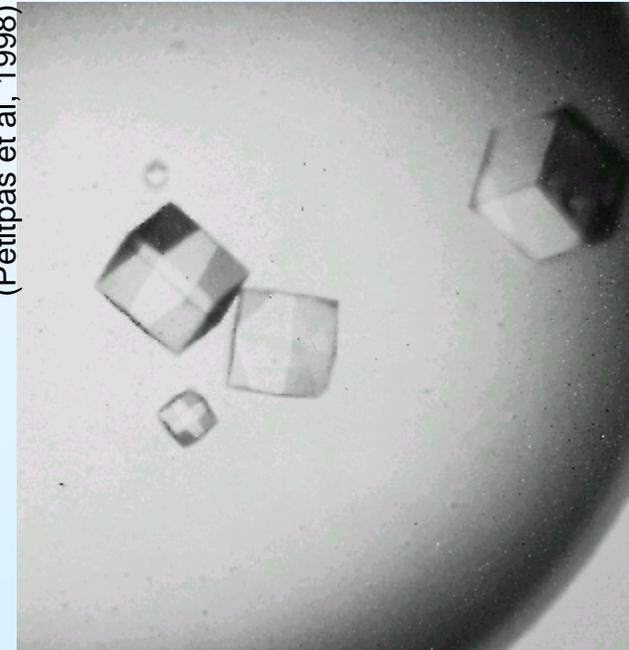


cristal de quartz



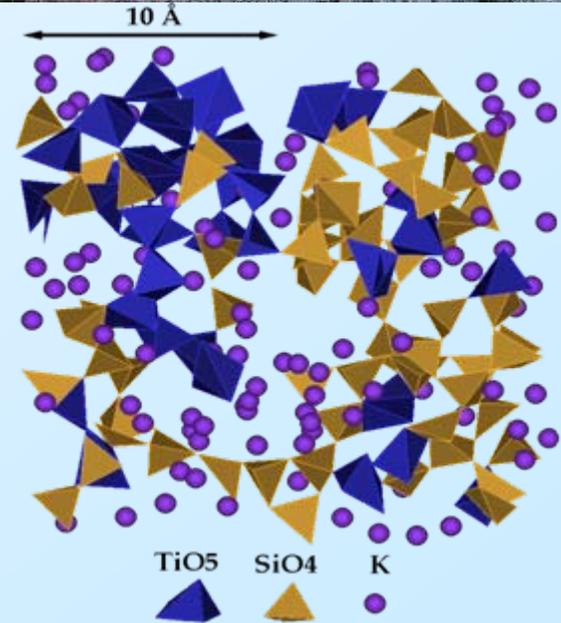
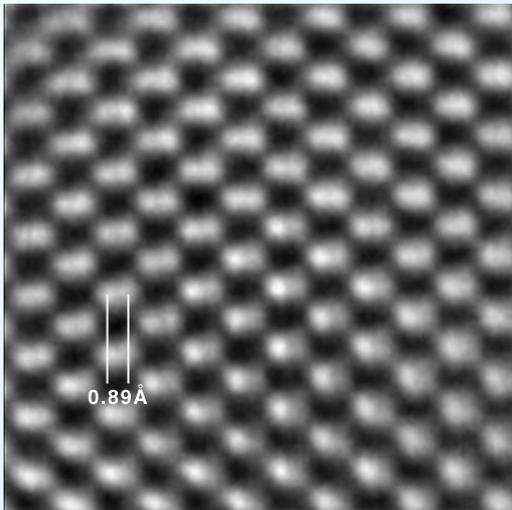
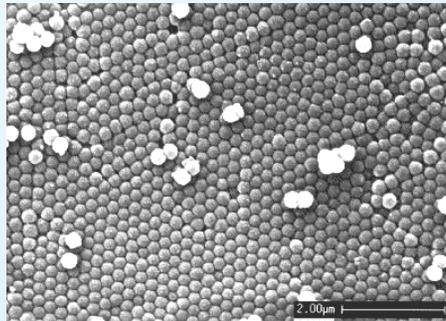
flocon de neige

(Petitpas et al., 1998)



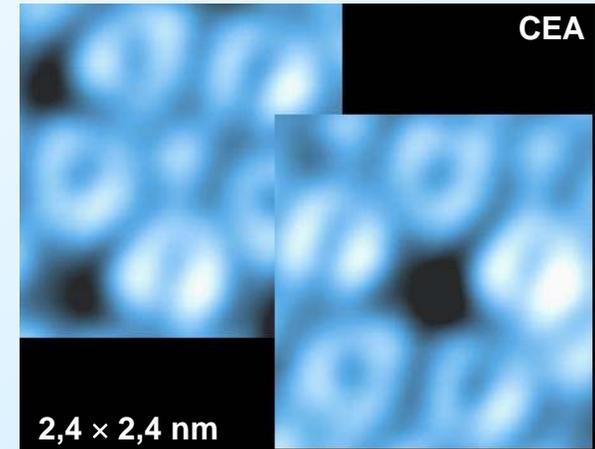
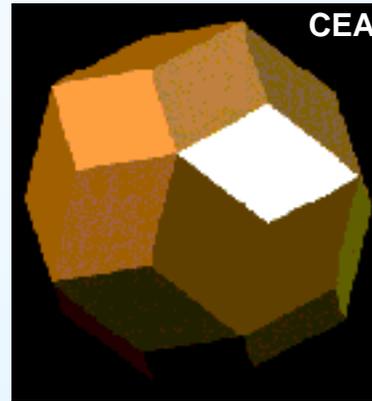
protéine d'un rotavirus VP6

## Etat cristallin / amorphe

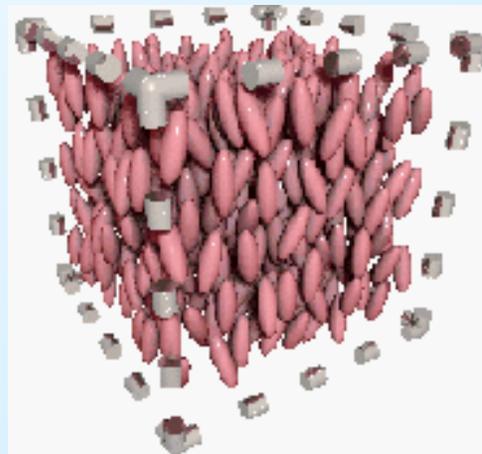


## Cas particuliers:

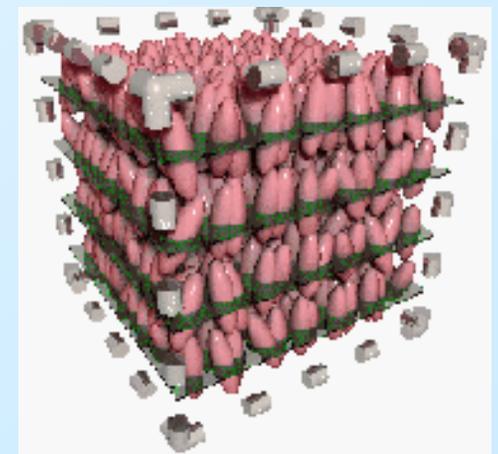
- QuasiCristaux



- Cristaux liquides



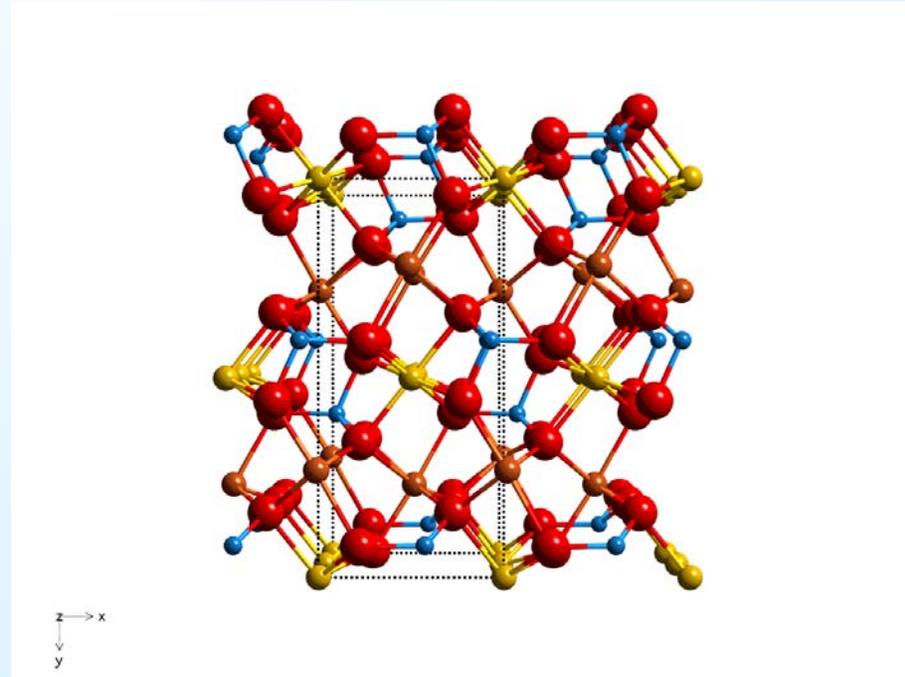
nématique



smectique

## La minéralogie : étude des minéraux

### Olivine ( $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ )



Leur étude apporte des informations indispensables pour la compréhension du fonctionnement de la Terre dans le présent et dans le passé

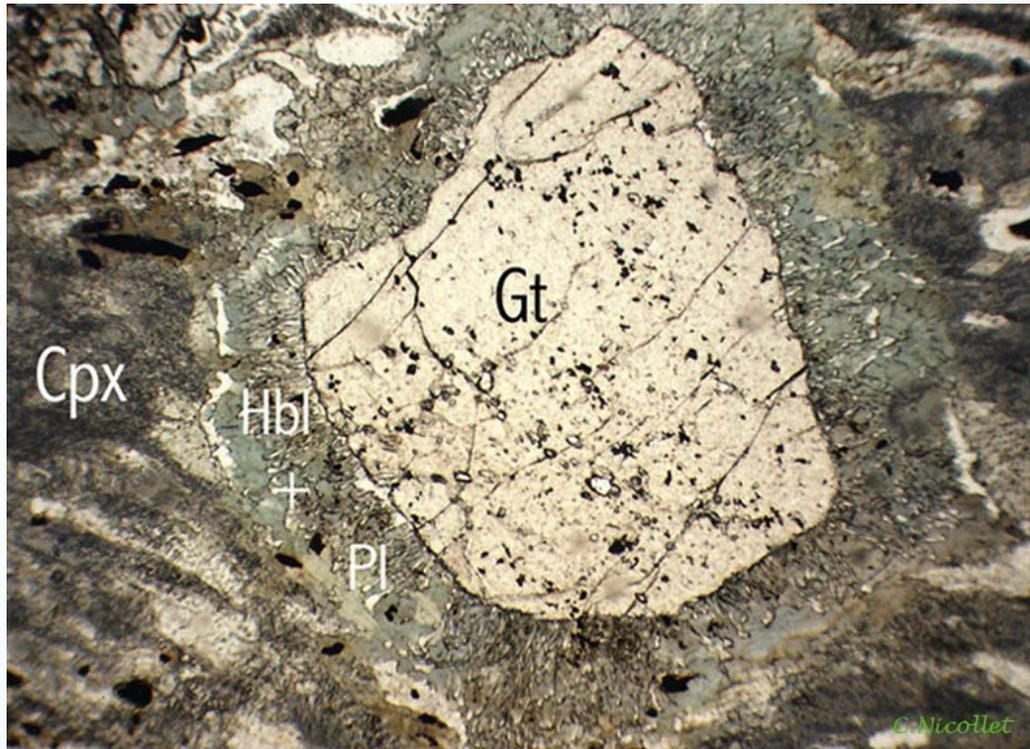
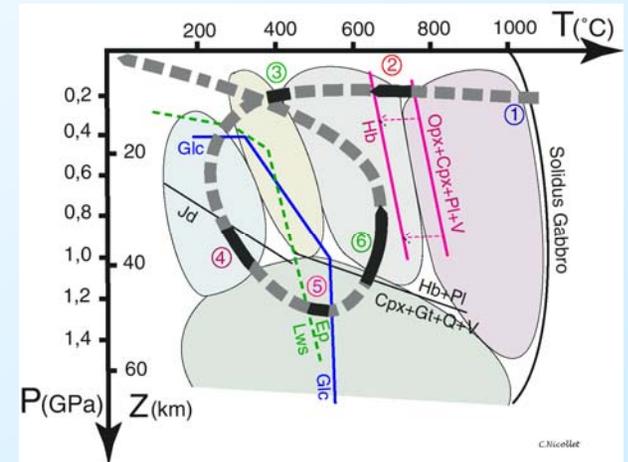


Photo en lumière polarisée d'une éclogite rétroformosée



Chemin PTt d'un gabbro subducté puis exhumé

- composition chimique?
- agencement des atomes dans la maille du cristal?
- texture et la morphologie des petites phases
- comment évoluent ces phases minérales si on change les conditions?

→ besoin d'outils que l'on va présenter ici

# Plan détaillé de la suite du cours

## Diffraction des Rayons X

- + *Principe de la méthode*
- + *Identification des minéraux*
- + *Reconstruction de la structure atomique des minéraux*
- > *Comprendre l'intérieur de la Terre*
- > *Caractériser les phyllosilicates*

## Microscopie Electronique en Balayage (MEB)

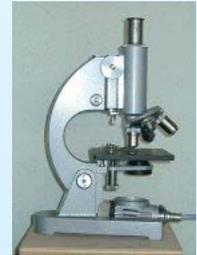
- + *Microscopie à l'échelle de quelques nanomètres*
- + *Imagerie de la morphologie des minéraux*
- + *Imagerie avec contraste chimique*
- + *Analyse chimique*
- > *Comprendre et lutter contre les pollutions*
- > *Vers la découverte d'une nouvelle variété de serpentine*

## Microscopie Electronique en Transmission

- + *Microscopie à l'échelle de quelques angströms*
- + *Imagerie avec contraste dépendant de la structure des minéraux*
- + *Analyse chimique*
- > *Etudier les matériaux extra-terrestre*
- > *Cas des bactéries magnetotactiques*

## Comment voir la structure de la matière?

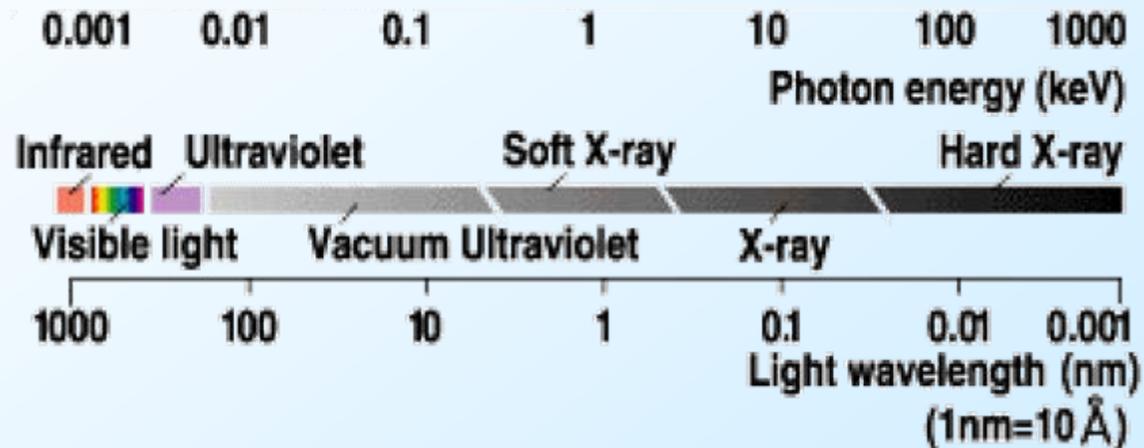
- Pour voir un objet de taille  $d$  il faut un rayonnement dont la longueur d'onde associée  $\lambda$  est telle que :  $\lambda < d$



*exemple : avec la lumière visible,  
la résolution limite est de l'ordre de  $0.5 \mu\text{m}$*

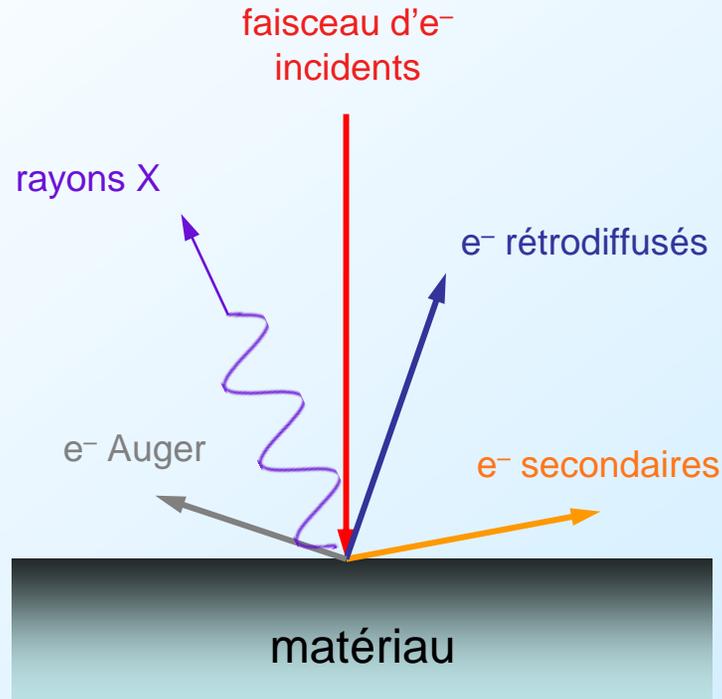
- Pour observer la structure de la matière à l'échelle atomique il faut donc un rayonnement tel que  $\lambda \approx 0.1 \text{ nm}$
- Rayonnement électromagnétique avec  $\lambda \approx 0.1 \text{ nm}$  : rayons X
- Problème : on ne sait pas faire de microscope à rayons X

## Qu'est-ce qu'un rayon x?



$$E \text{ (eV)} = 1239.856 / \lambda \text{ (nm)}$$

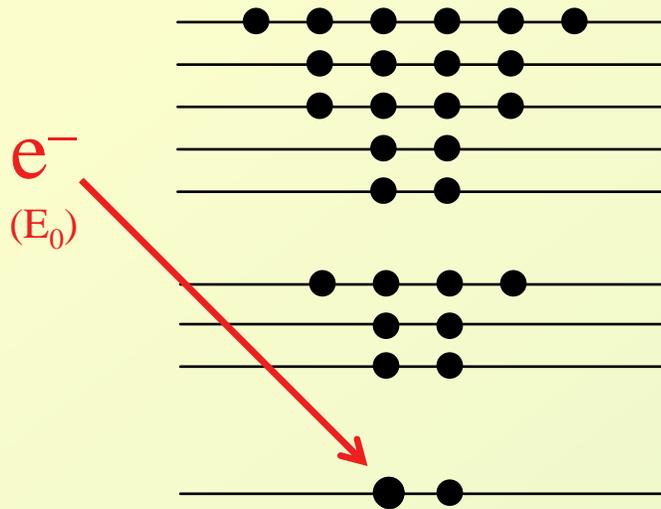
## Qu'est-ce qu'un rayon x?



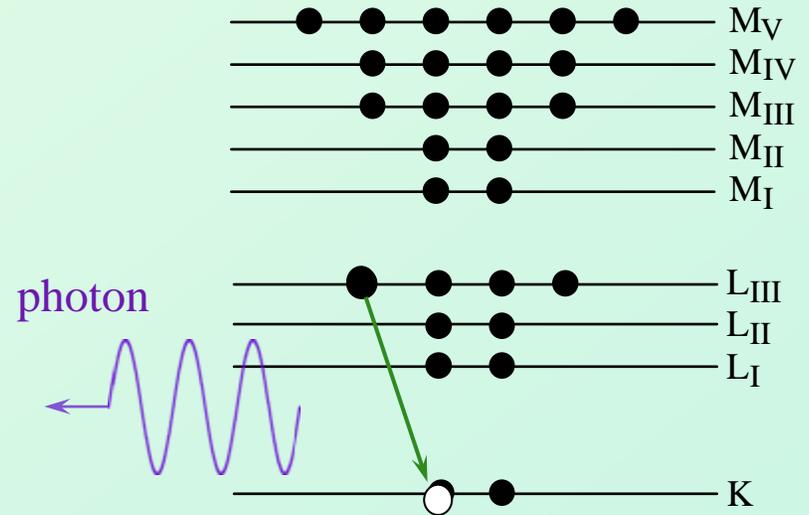
Tout matériau soumis à un bombardement électronique d'énergie suffisante émet (entre autres) des rayons X

## Principe de l'émission X?

### Ionisation

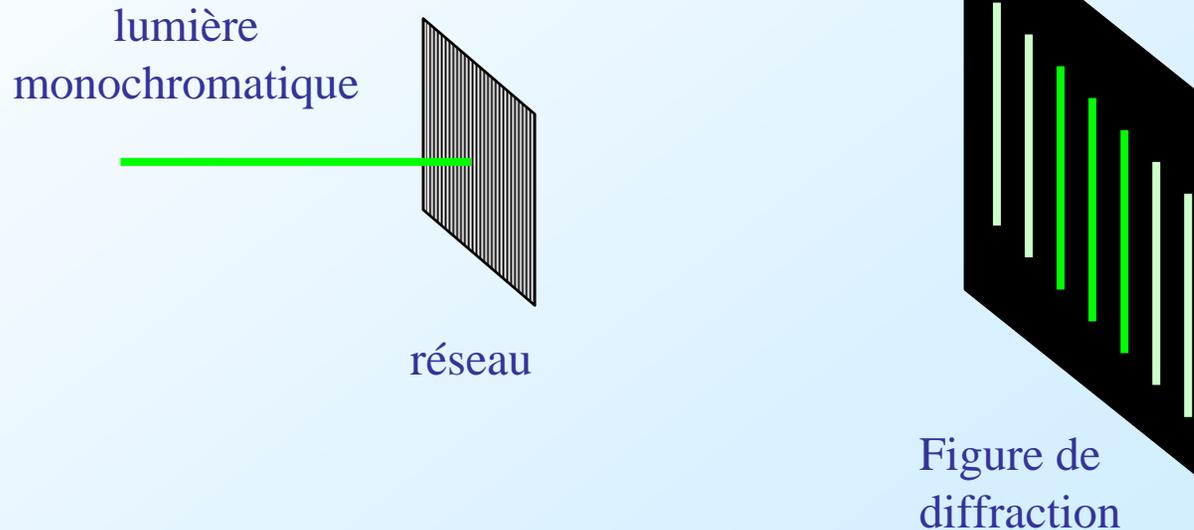


### Désexcitation radiative



## Utilisation de la diffraction

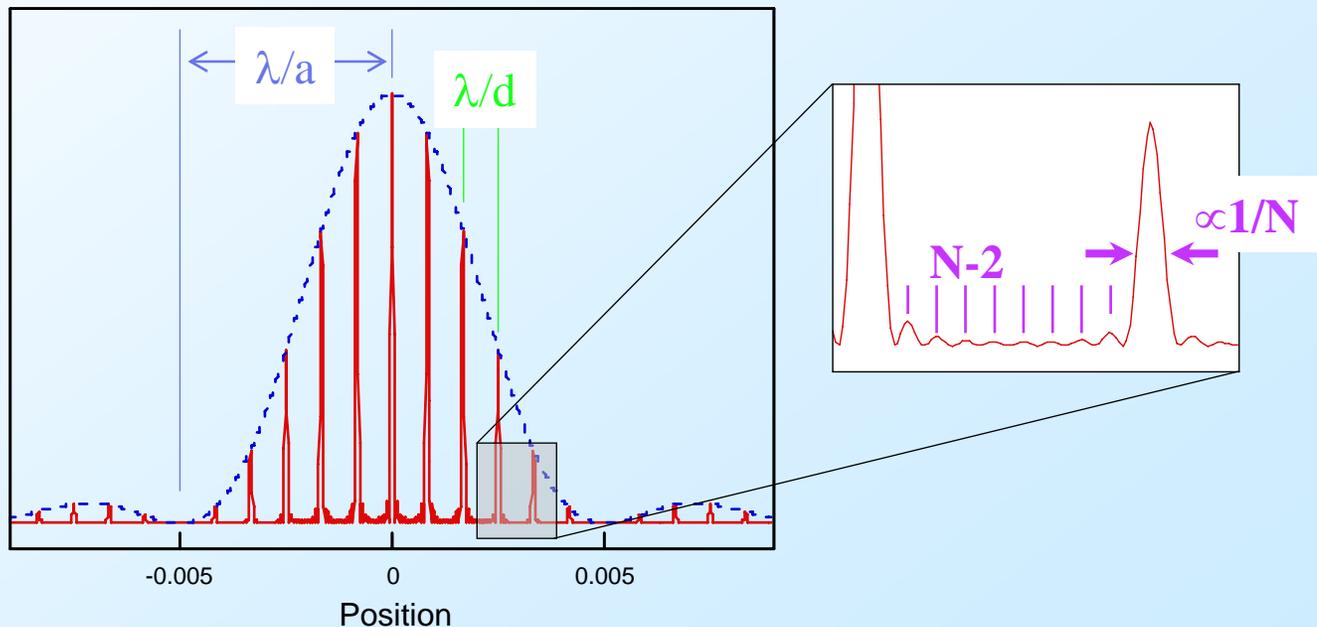
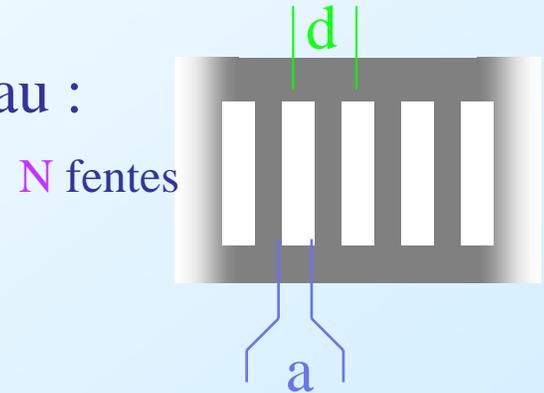
- exemple des réseaux optiques en lumière visible



Peut-on connaître les détails du réseau à partir de la figure de diffraction ?

## Utilisation de la diffraction

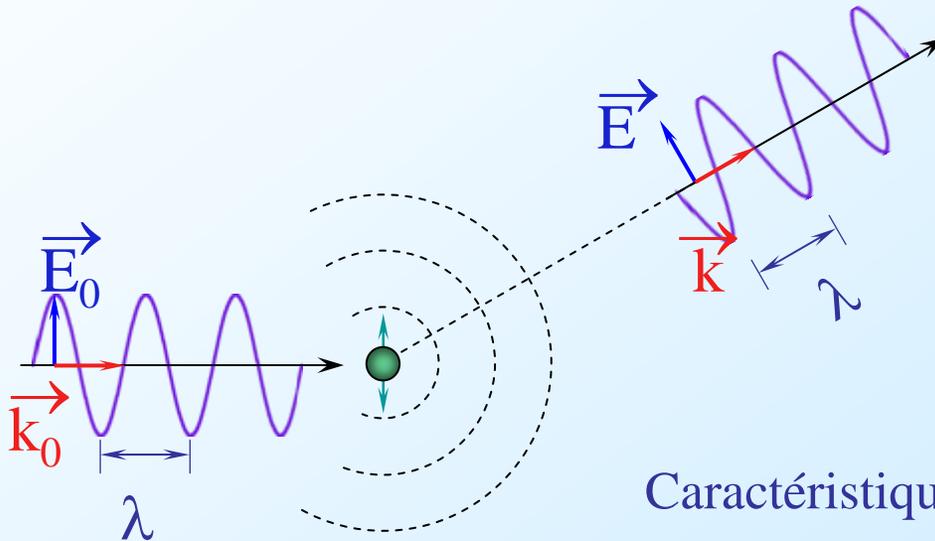
- On peut déterminer les caractéristiques du réseau :  
 $a$ ,  $d$ ,  $N$ , transmittance des fentes  
à partir de la figure de diffraction



## Utilisation de la diffraction

### Diffusion par un électron

Diffusion élastique des rayons X par un électron libre:  
*diffusion cohérente de Rayleigh*

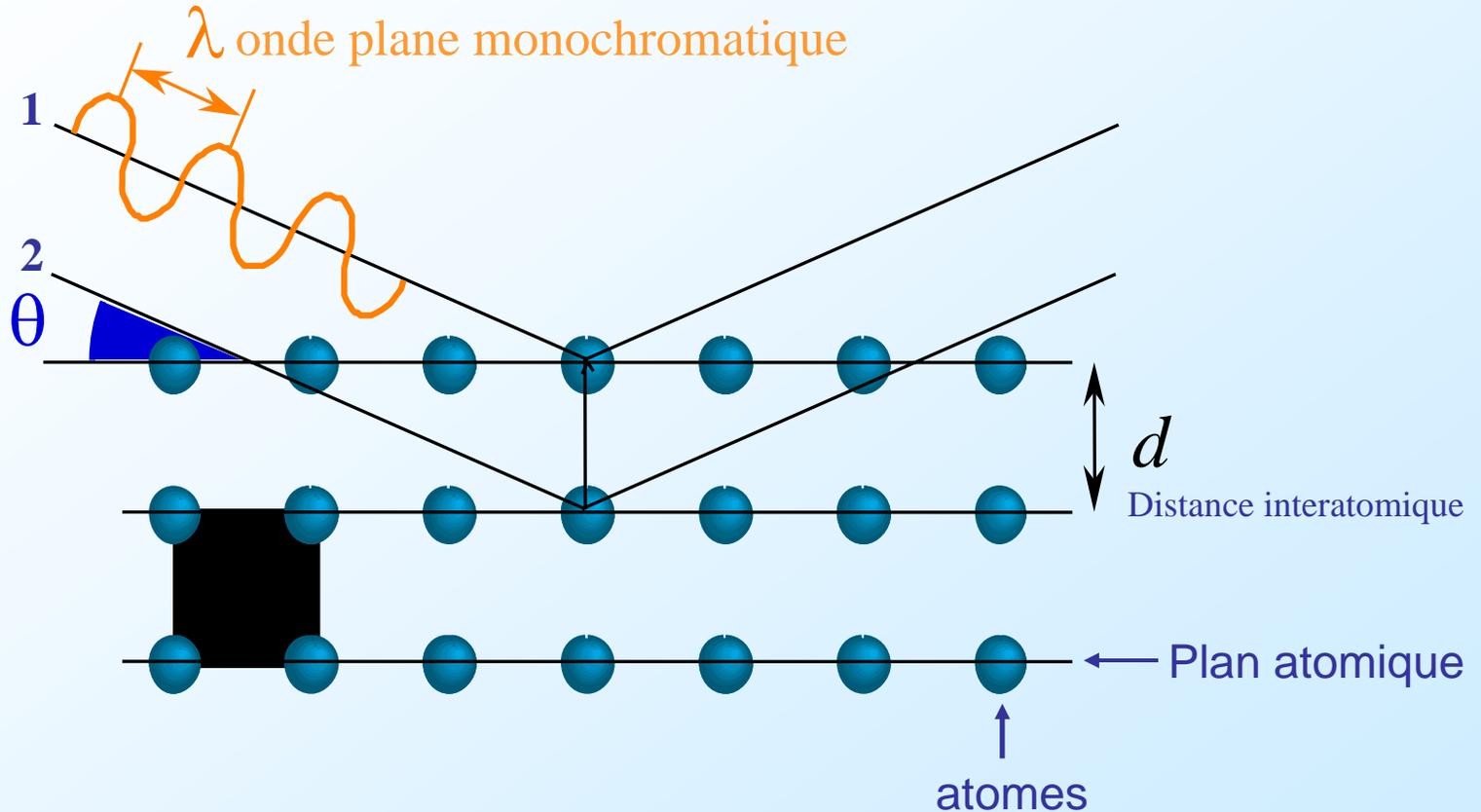


Caractéristiques du rayonnement diffusé :

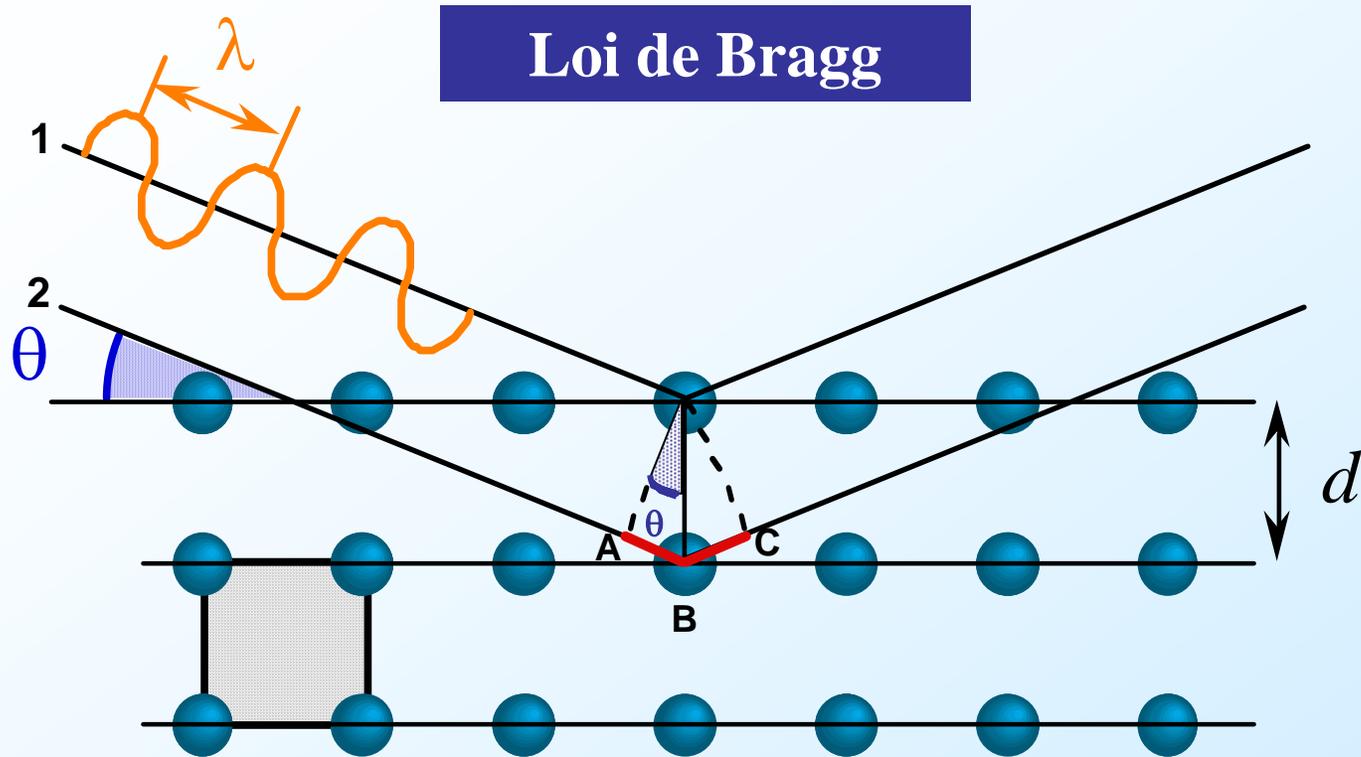
- conservation de la longueur d'onde
- opposition de phase / onde incidente
- partiellement polarisé

# Diffraction des rayons X par deux plans atomiques parallèles

## Quelles sont les conditions de diffraction ?



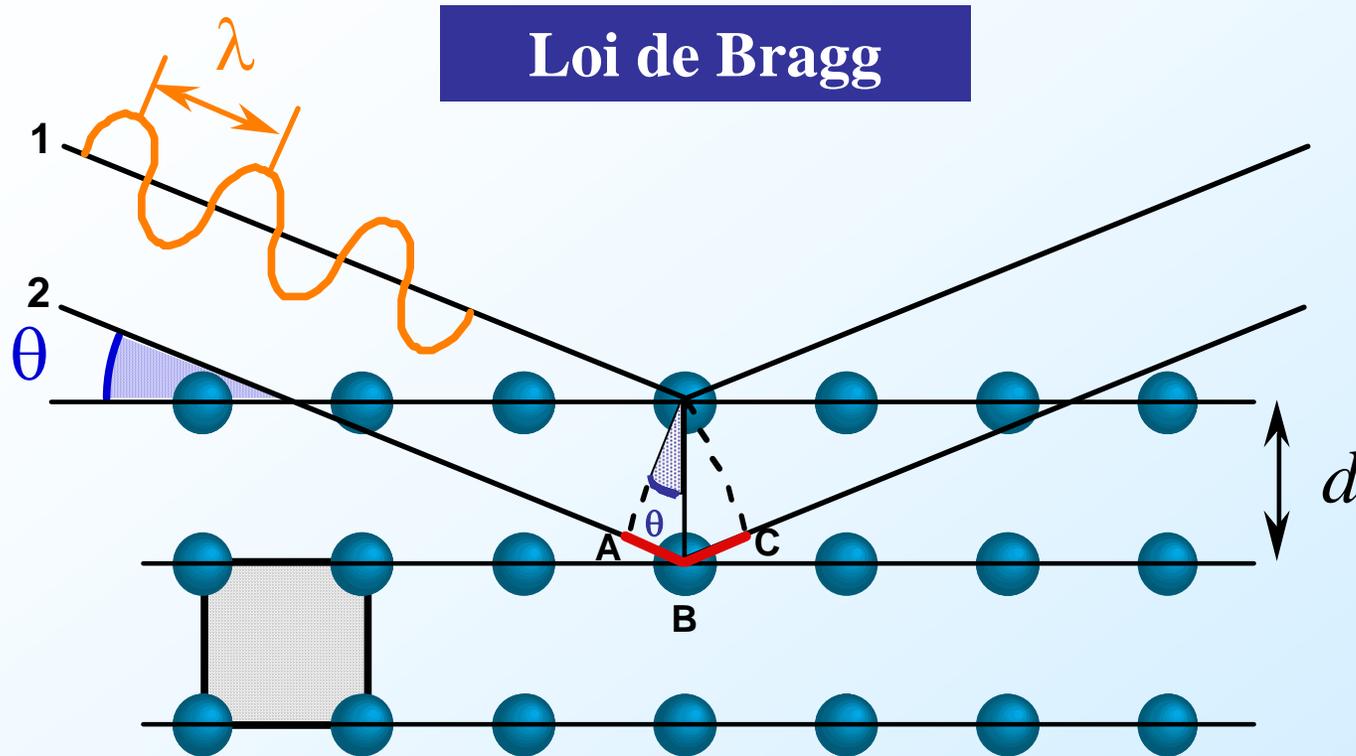
Les ondes 1 et 2 interfèrent constructivement (cad qu'elles donnent naissance à un pic de diffraction sur le détecteur) si la différence de chemin parcouru entre elles est  $\delta = n \lambda$



Démontrer la Loi de Bragg qui donne la relation entre  $\theta$  et  $d$  au niveau d'un pic de diffraction

*Rappel*

$$\delta = n \lambda$$



Différence de chemin parcouru entre les ondes 1 et 2:  $\delta = AB + BC = 2 AB$

or

$$AB = d \sin \theta$$

donc

$$\delta = 2 d \sin \theta$$

Interférences constructives si différence de chemin parcouru =  $n \lambda$

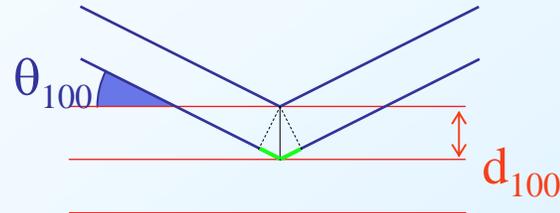
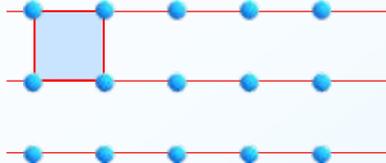
donc

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$$

(Loi de BRAGG)

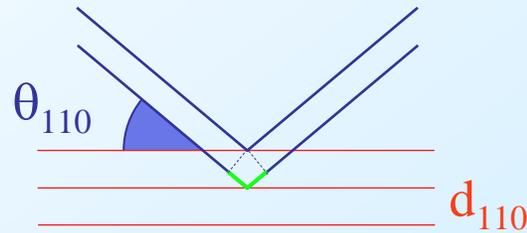
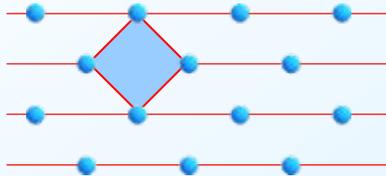
## Mesure des distances interréticulaires

plans (100)



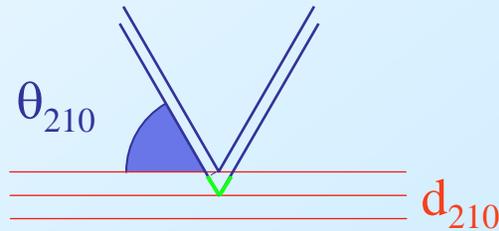
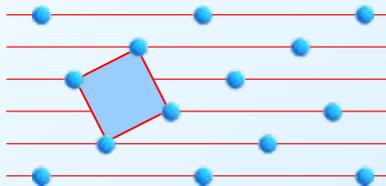
$$2 d_{100} \sin\theta_{100} = \lambda$$

plans (110)



$$2 d_{110} \sin\theta_{110} = \lambda$$

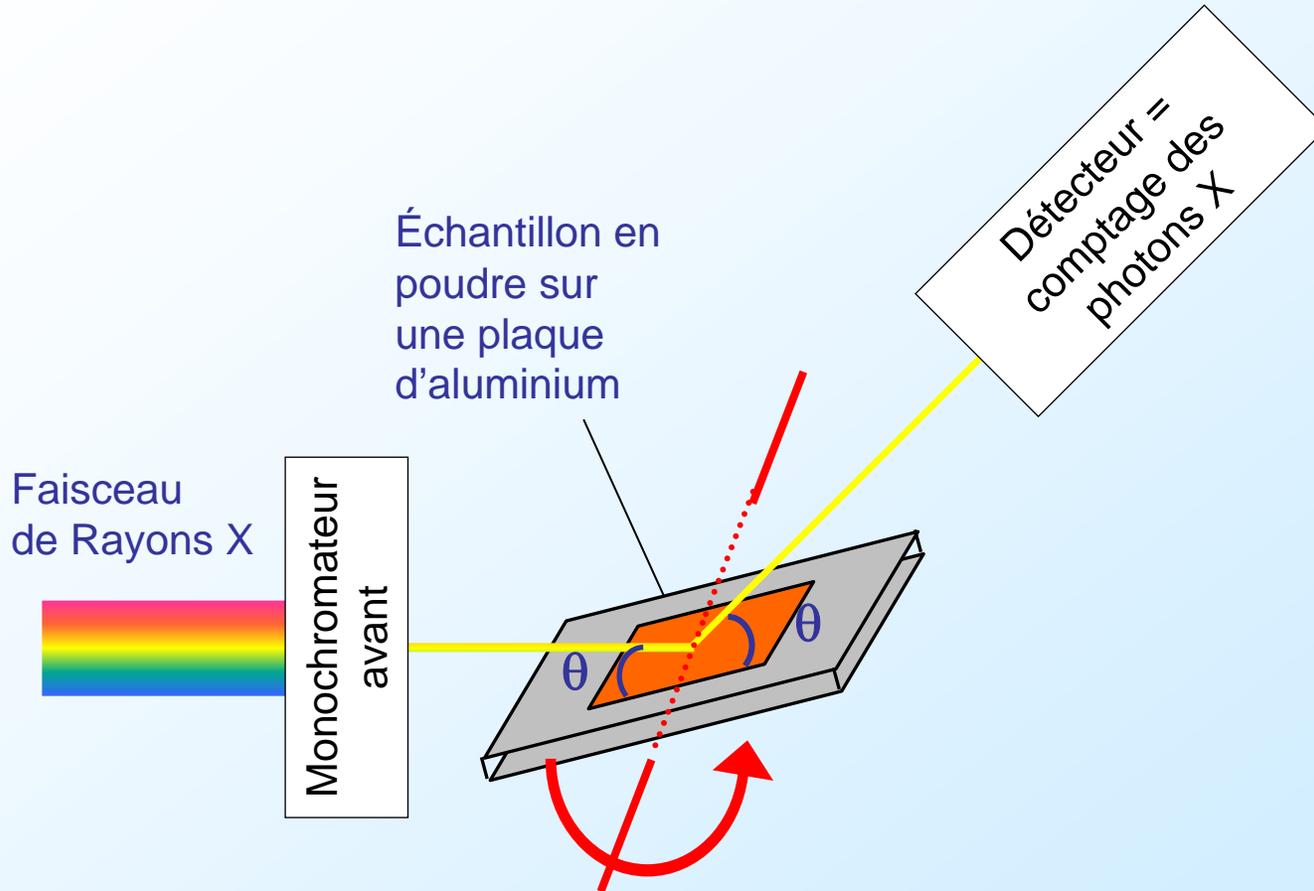
plans (120)



$$2 d_{210} \sin\theta_{210} = \lambda$$

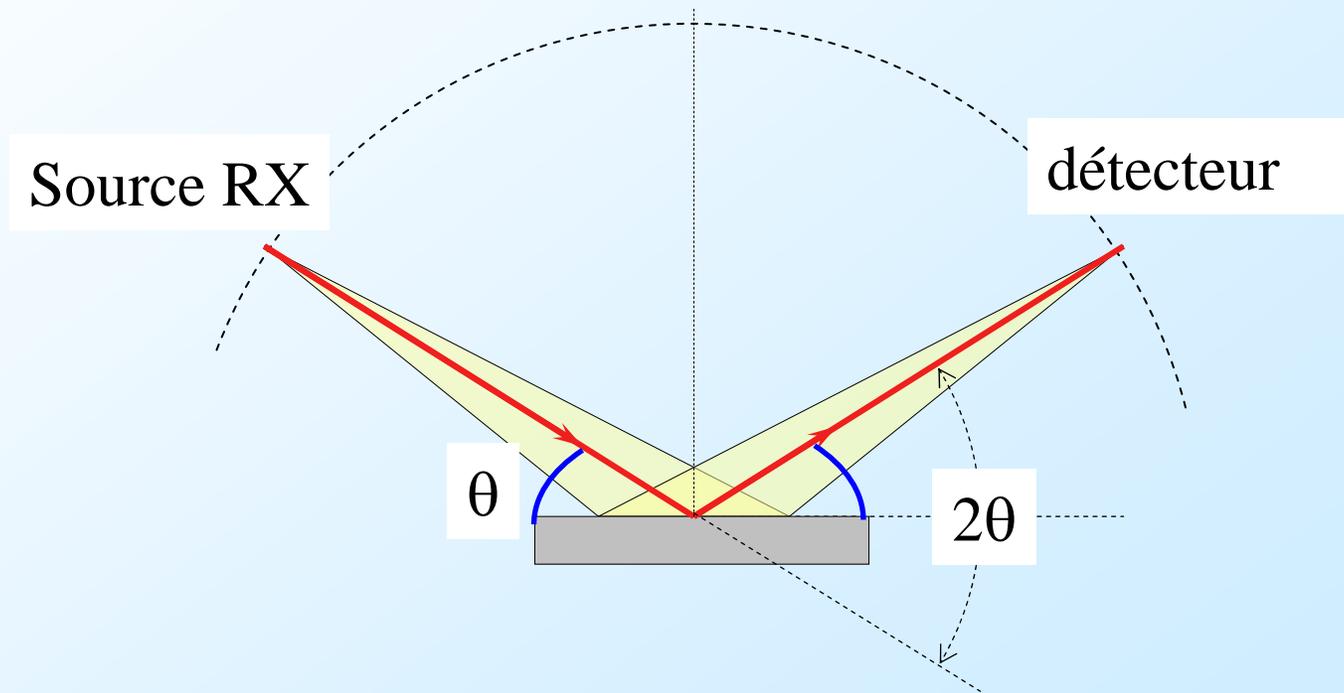
⇒ en faisant varier l'orientation du cristal par rapport au faisceau de rayons X, on peut mesurer plusieurs  $d_{hkl}$

# Schéma de principe du diffractomètre de rayons X étude en réflexion



Rotation de l'échantillon pas par pas et mesure de l'intensité diffractée pour chaque pas angulaire

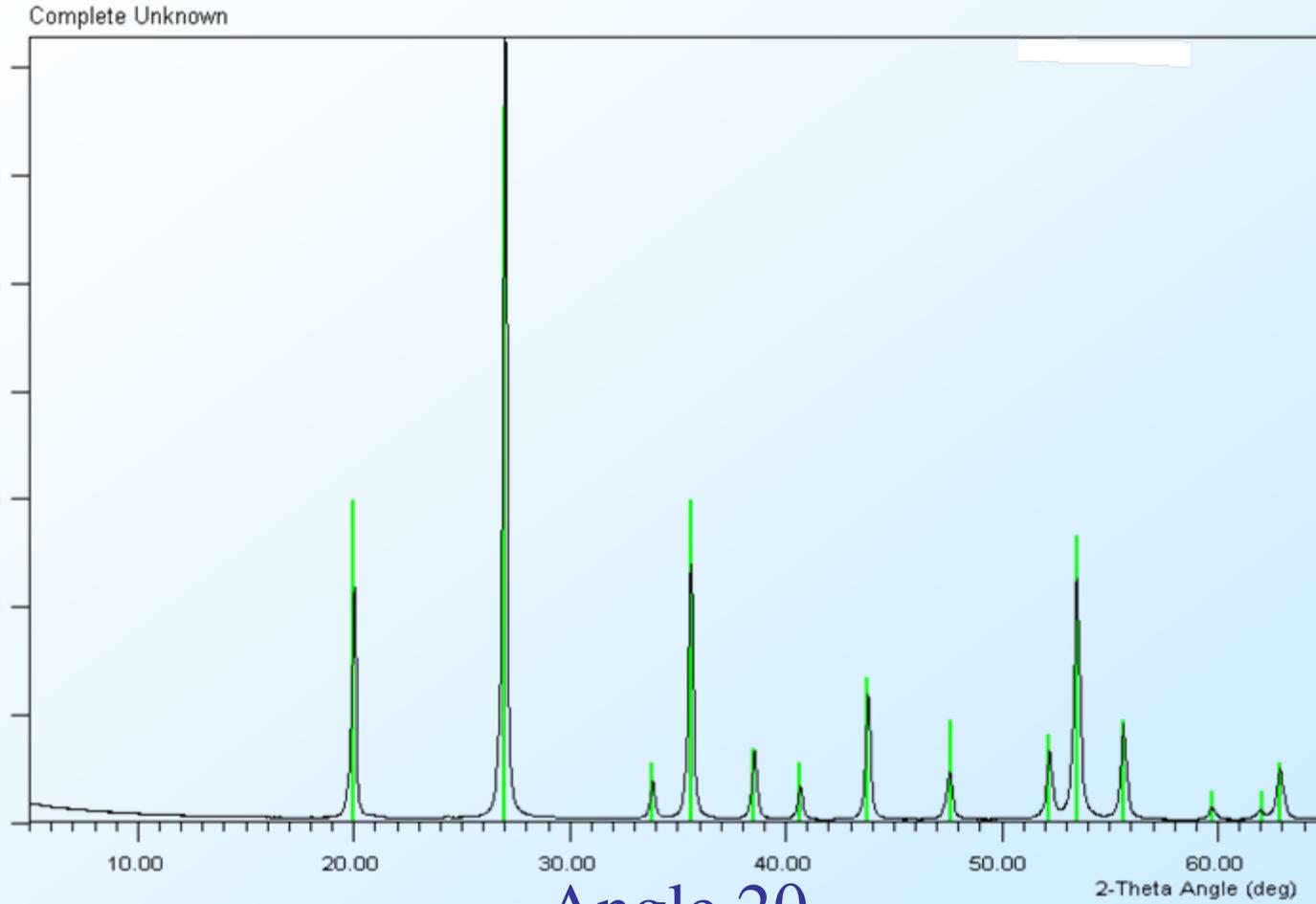
Schéma de principe du diffractomètre de rayons X:  
Autre représentation



# Résultat d'une expérience de diffraction des rayons X

Echantillon avec une seule phase minérale

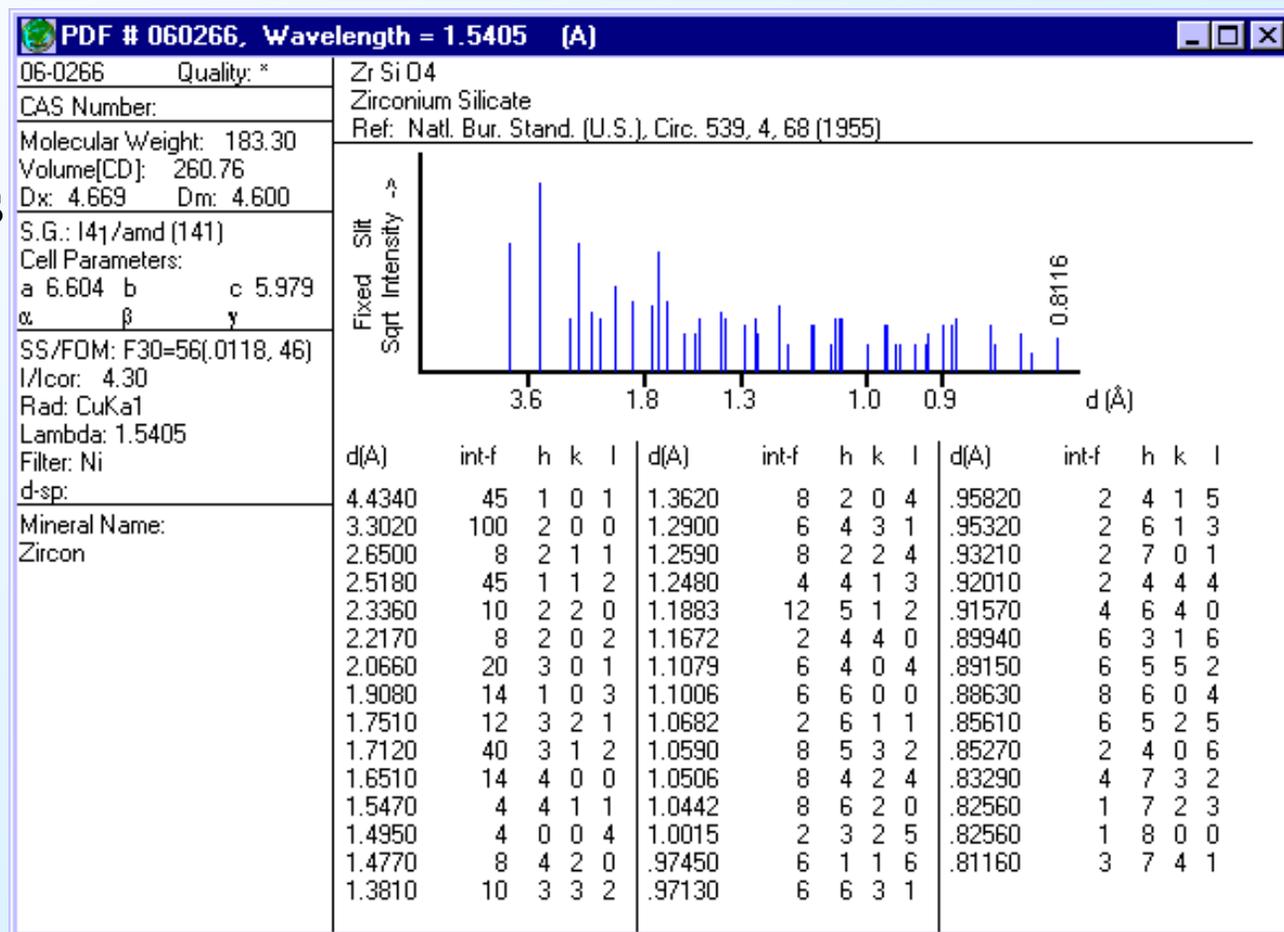
Nombre de photons X détectés (Intensité)



Comment expliquer ces pics?

La position des pics et leur intensité relative permet de remonter à la nature du minéral grâce à des bases de données

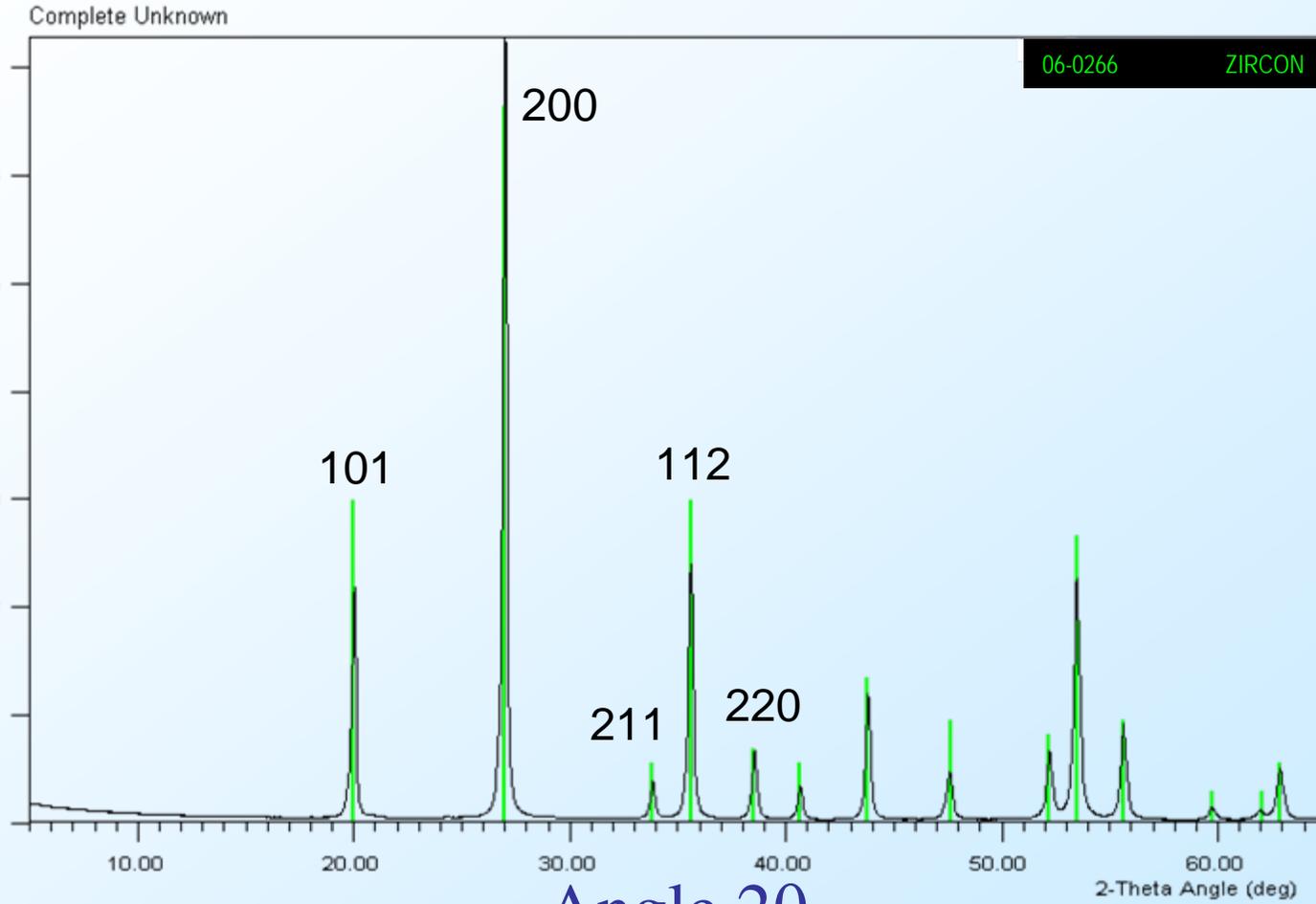
300 000 composés :  
 - inorganiques  
 - organiques



# Résultat d'une expérience de diffraction des rayons X

Echantillon avec une seule phase minérale

Nombre de photons X détectés (Intensité)



Comment expliquer ces pics?

## Détection et identification de phases minérales Principe

Structure cristalline :

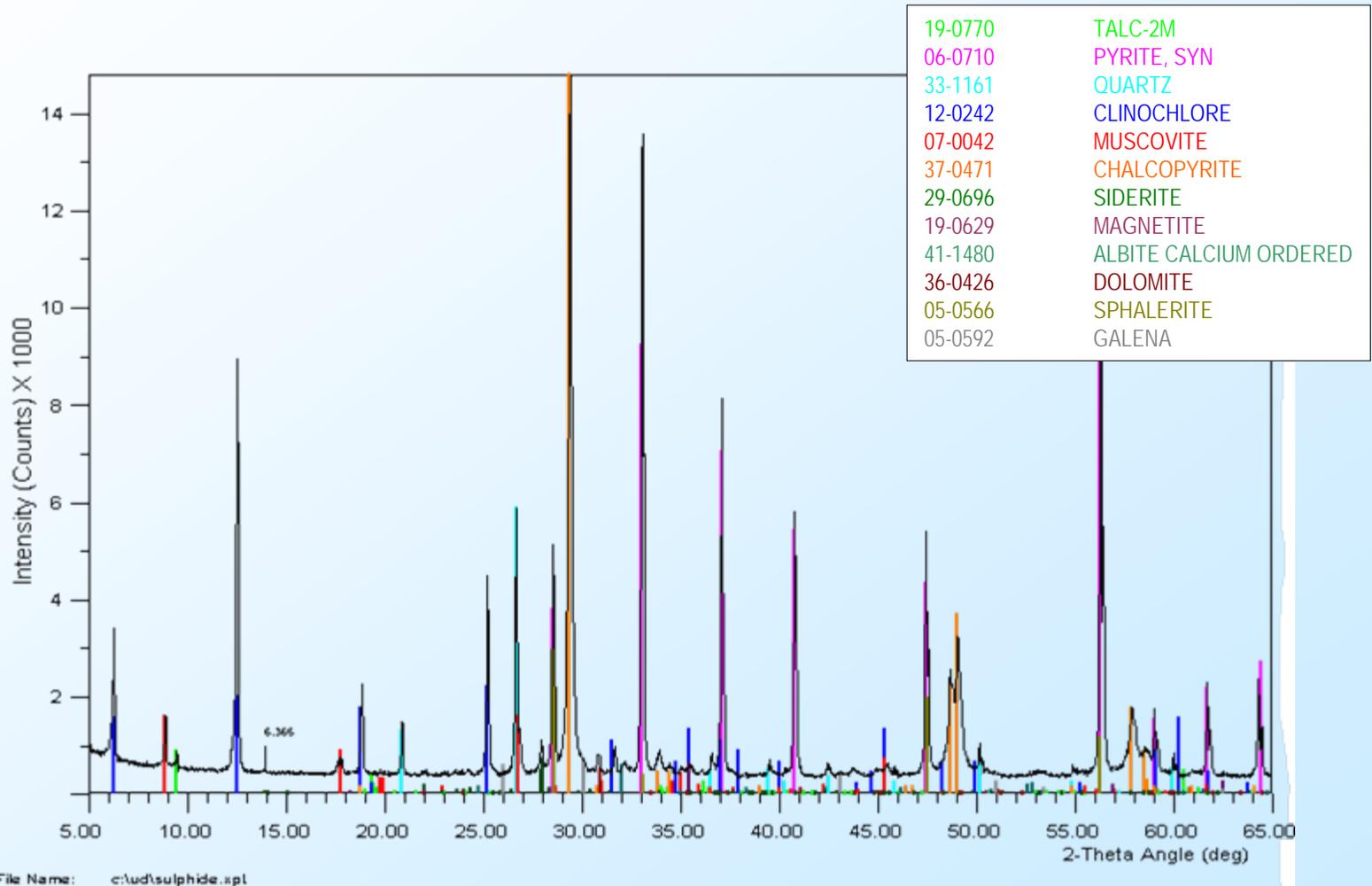
- Groupe d'espace
  - Paramètres de maille
- }  $\Rightarrow$  Pics de diffraction à des angles bien précis

• Nature des atomes  
et positions

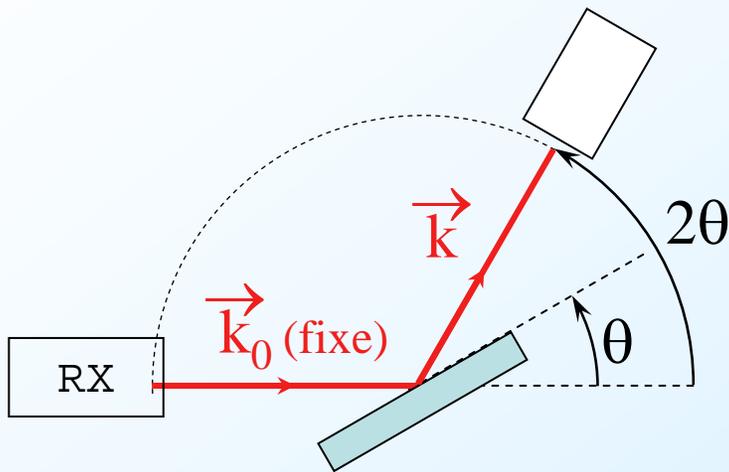
Intensité relative des pics de diffraction  
C'est le nuage électronique  
des atomes constituant le cristal  
qui diffuse les rayons X

En théorie : une structure  $\Leftrightarrow$  un diagramme

Cela marche aussi pour un mélange de plusieurs phases minérales

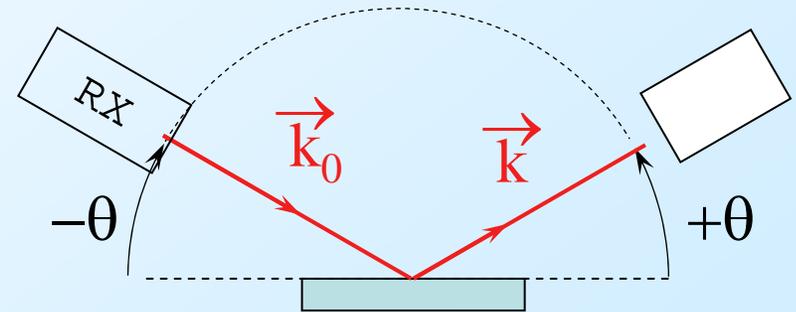


## Différents types de montage pour acquérir un diffractogramme



### Montage $\theta - 2\theta$

- Source RX fixe
- détecteur mobile ( $2\theta$ )
- échantillon mobile ( $\theta$ )

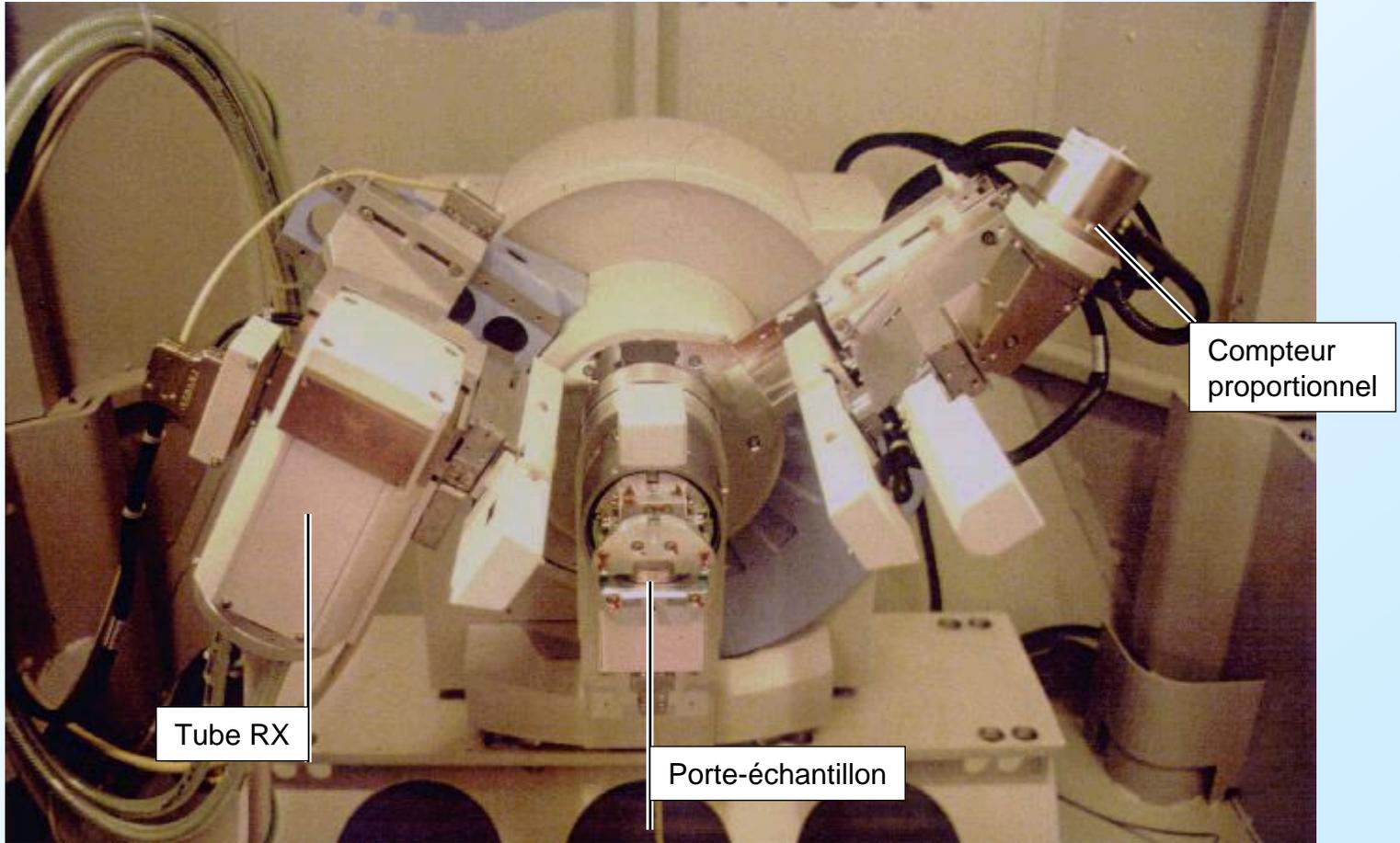


### Montage $\theta - \theta$

- Source RX mobile ( $-\theta$ )
- détecteur mobile ( $+\theta$ )
- échantillon fixe

$\Rightarrow$  possibilité de contrôler l'environnement

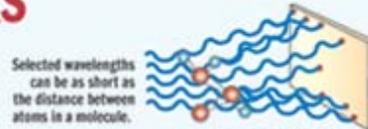
## Exemple de diffractomètre de laboratoire



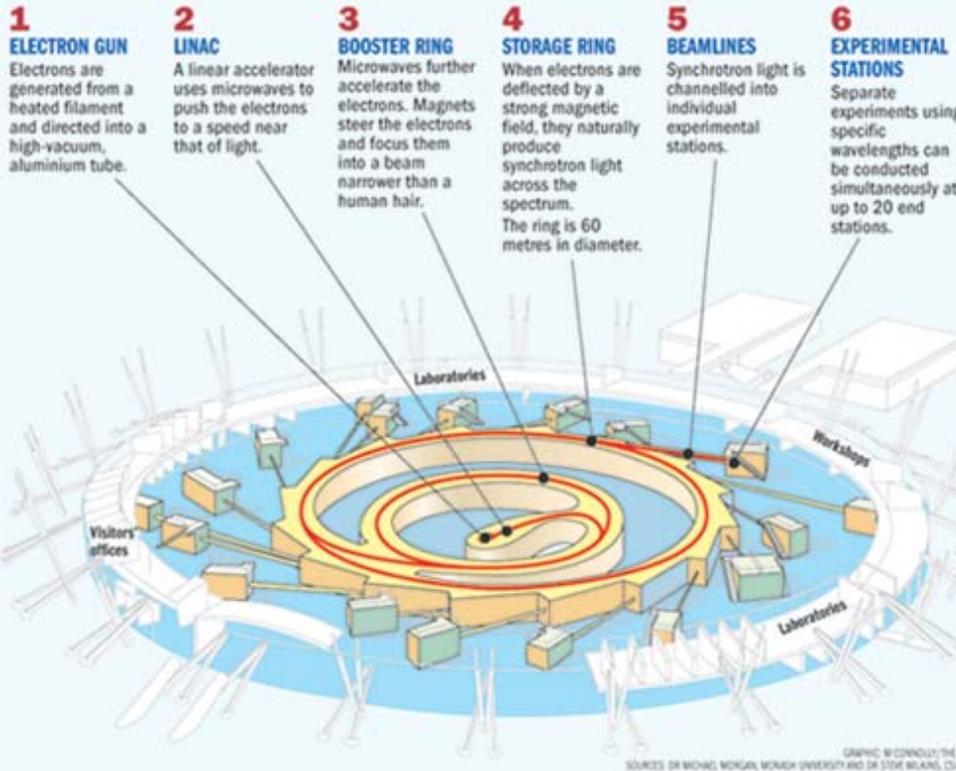
## Diffraction des rayons X par rayonnement synchrotron

### HOW A SYNCHROTRON WORKS

Australia's first synchrotron, to be built near Monash University, is expected to revolutionise research and development. It is an instrument that can "look" inside molecules, that can "watch" a chemical reaction taking place or "see" proteins on the surface of a virus.

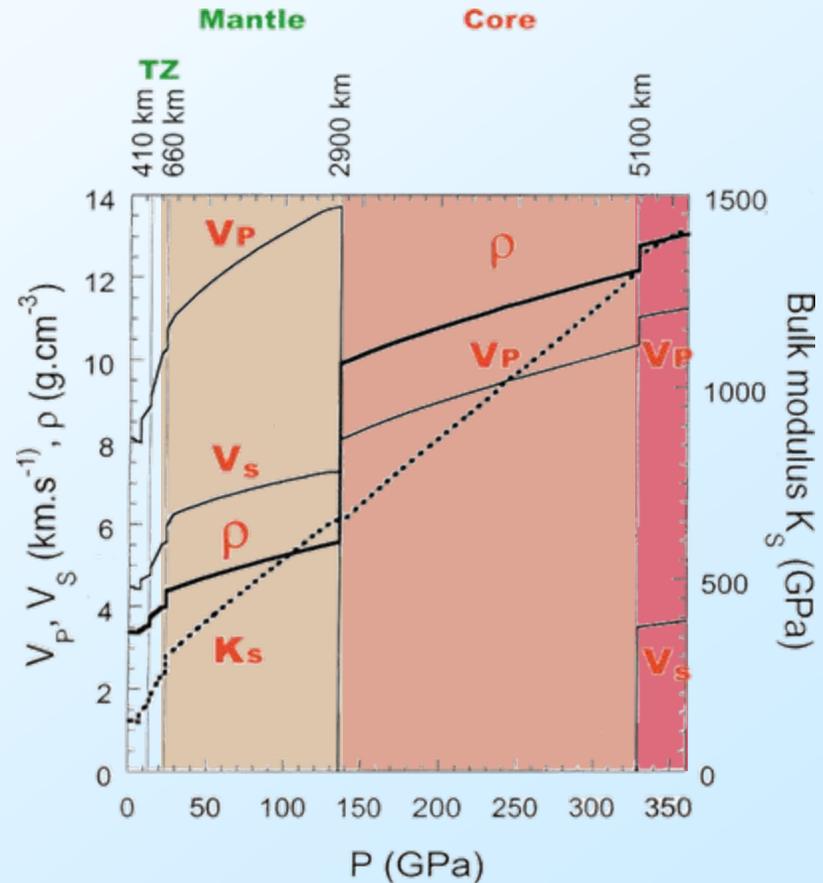
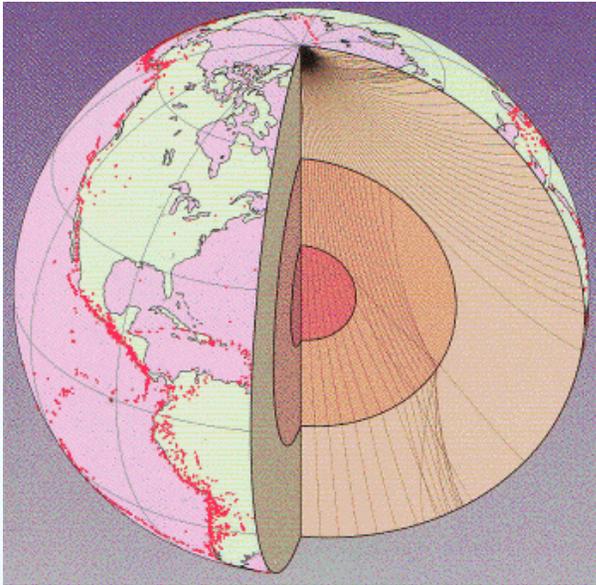


Sensors record how the radiation (synchrotron light) is scattered. These diffraction patterns can be converted to a 3-D image.



European Synchrotron Radiation Facility (ESRF, Grenoble)

## Comprendre l'intérieur de la Terre

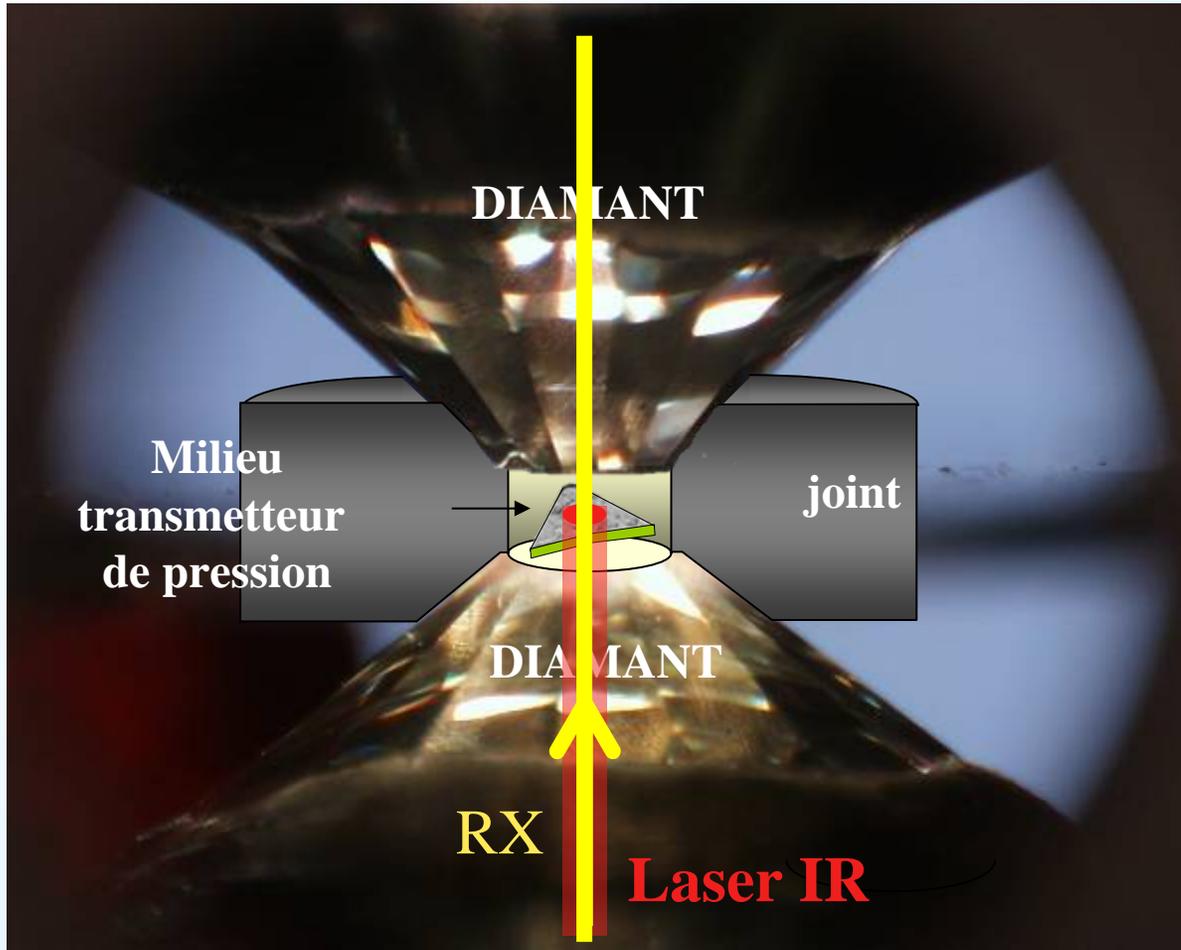


La mesure des vitesses de propagation des ondes sismiques nous enseigne qu'il y a des couches présentant différentes propriétés physiques à l'intérieur de la Terre: discontinuités à 410, 660, 2900 et 5100 km

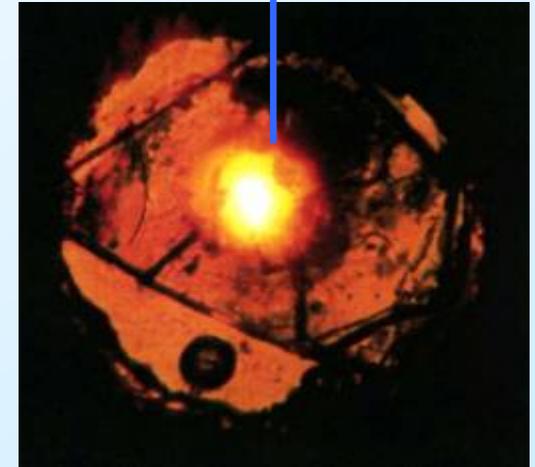
Vous avez appris que ces discontinuités étaient liées soit à des variations de la composition minéralogique en fonction de la profondeur (soit variation de la composition chimique, soit transformation de phase)

**Comment le sait-on?**

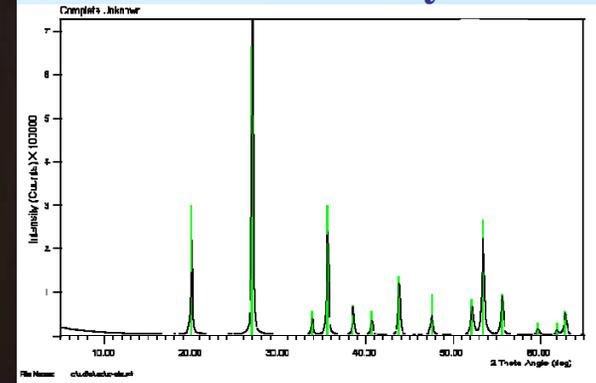
## Expériences au laboratoire dans les cellules à enclume de diamant



Péridotite chauffée à la température voulue

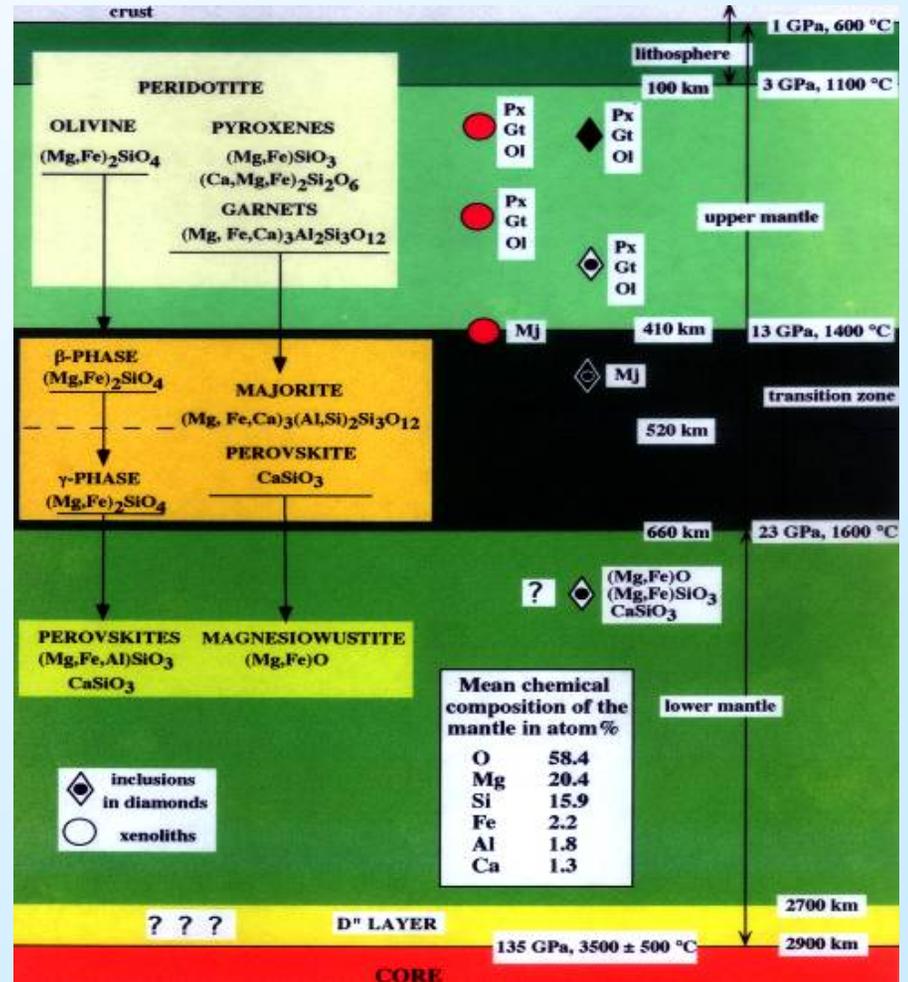
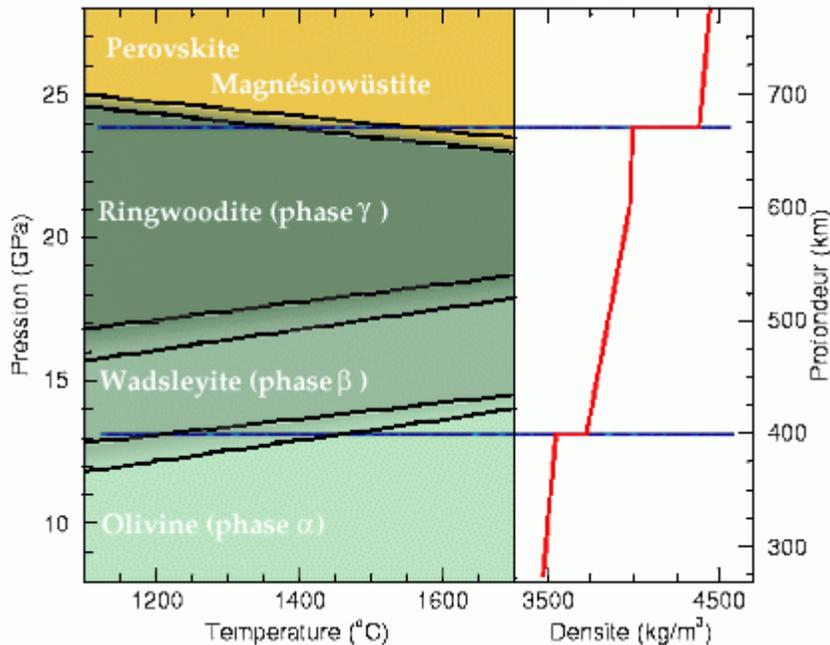


Diffraction des Rayons X

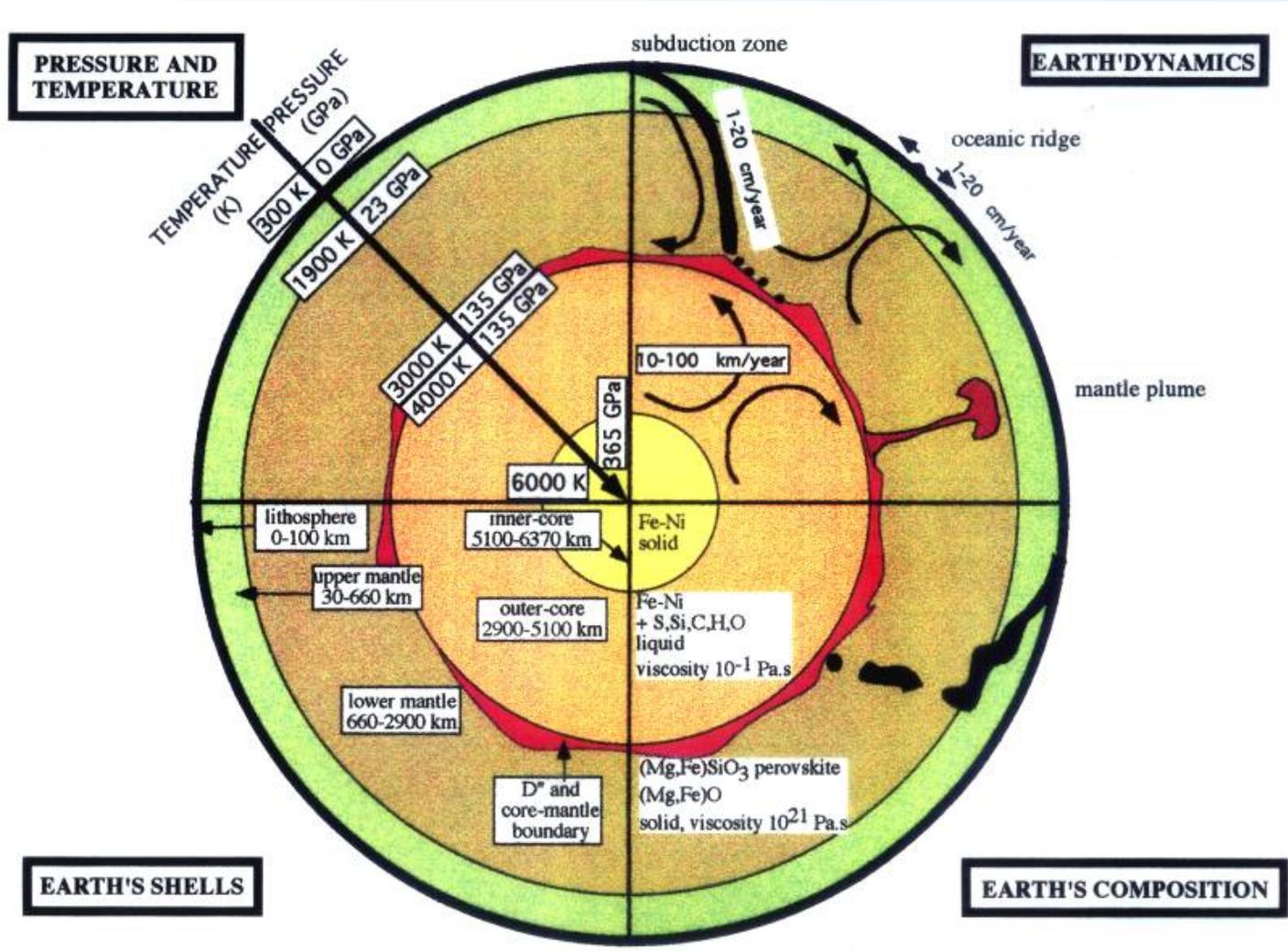


Analyse avec les rayons X de l'évolution des minéraux en fonction de la Température et de la Pression

## Résultat: composition minéralogique de l'intérieur de la Terre



La composition minéralogique de l'intérieur de la Terre explique sa dynamique, les variations de vitesse des ondes sismiques ...



# La caractérisation des argiles par diffraction des rayons X

## Définition des argiles

+ argiles au sens granulométrique => particules de taille  $< 2\mu\text{m}$

+ argiles au sens minéralogique => phyllosilicates

*deux termes souvent confondus car les argiles minéralogiques sont fortement représentées dans les particules de taille  $< 2\mu\text{m}$  dans les sédiments et dans les sols.*

Ils sont très importants à étudier car:

Abondants dans les sols

Déterminent certaines propriétés des sols (agrégats etc...)

Pièges à hydrocarbures

Indicateurs des conditions d'altération (nature dépend du climat)

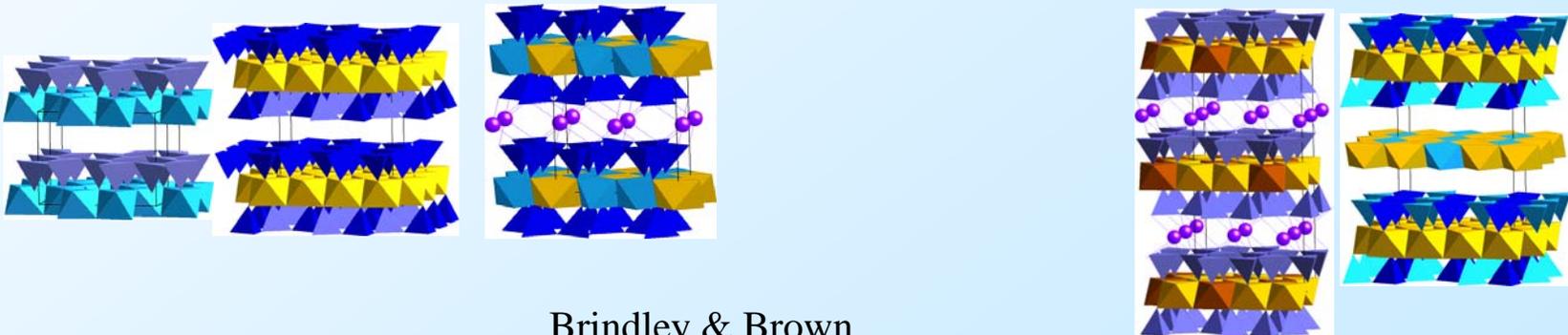
Rétention de polluants

Utilisation économique (céramique, construction, forage)

**Diversité de structures associée à une diversité de propriétés donc important de les distinguer: outil clé = Diffraction des Rayons X**

# Rappel sur les différents types de phyllosilicates

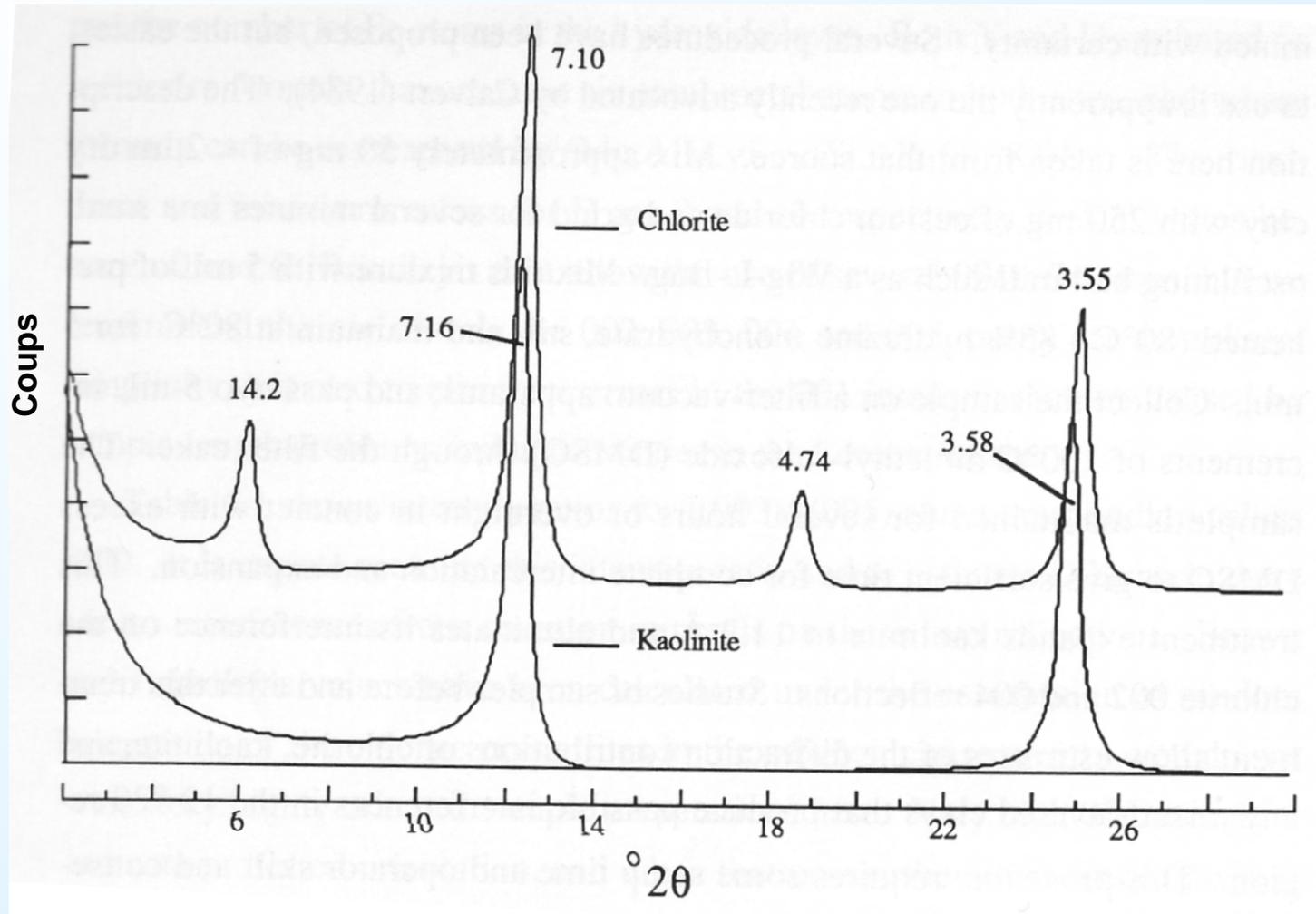
Argiles 1/1	Argiles 2/1						Argiles 2/1/1				
	di-octa tri-octa		smectites di-octa tri-octa		vermiculites di-octa tri-octa		illites di-octa	micas di-octa tri-octa		<u>chlorites</u> di-octa tri-octa	
<u>Kaolinite</u>	pyrophyllite	<u>talc</u>	<u>Montmorillonite</u>	Saponite				Muscovite	<u>Biotite</u>		
	neutre		Charge 0.2→0.6		Charge 0.6→0.9		Charge 0.9	Charge 1			
			Hydratées (zone interfoliaire)				"sèches"				
d - 7 Å	d - 9.5 Å		d - 12-15 Å				d - 10 Å		d - 10 Å		



Brindley & Brown

# Problème : Interférences entre phyllosilicates en DRX

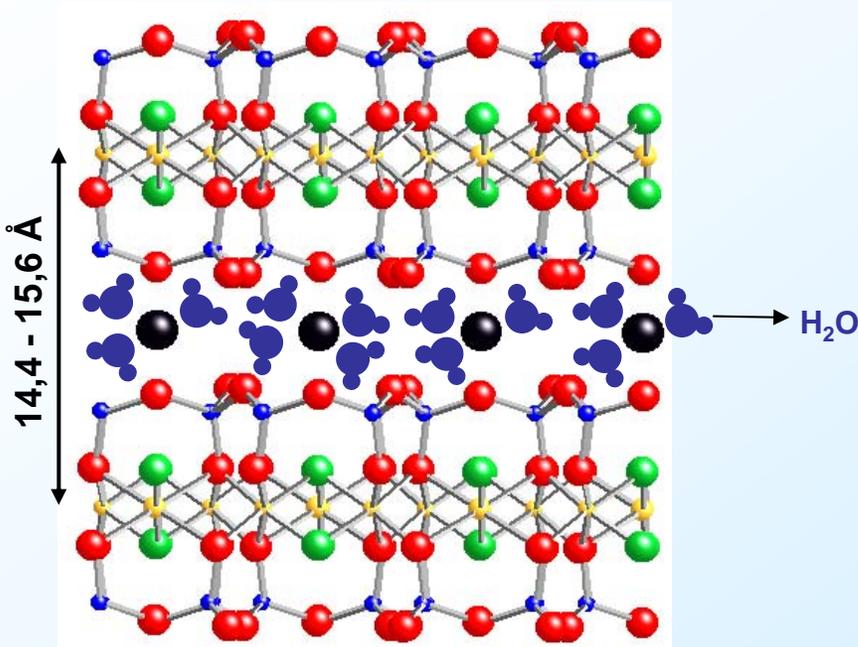
Exemple Chlorite (14 Å) / kaolinite (7Å)



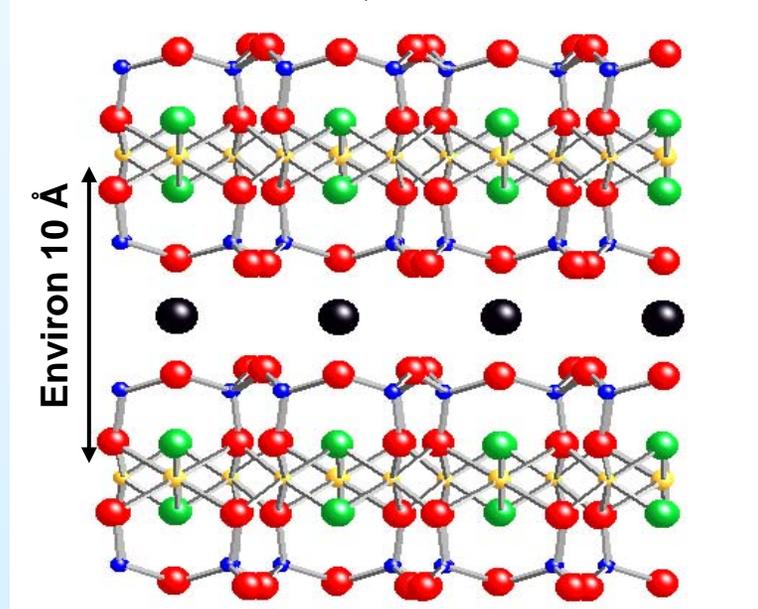
# Solution: il existe plusieurs types de traitements physico-chimiques auxquels les phyllosilicates répondent différemment

Chauffage  $\Rightarrow$  déshydratation

Smectites, vermiculites



Smectites, vermiculites



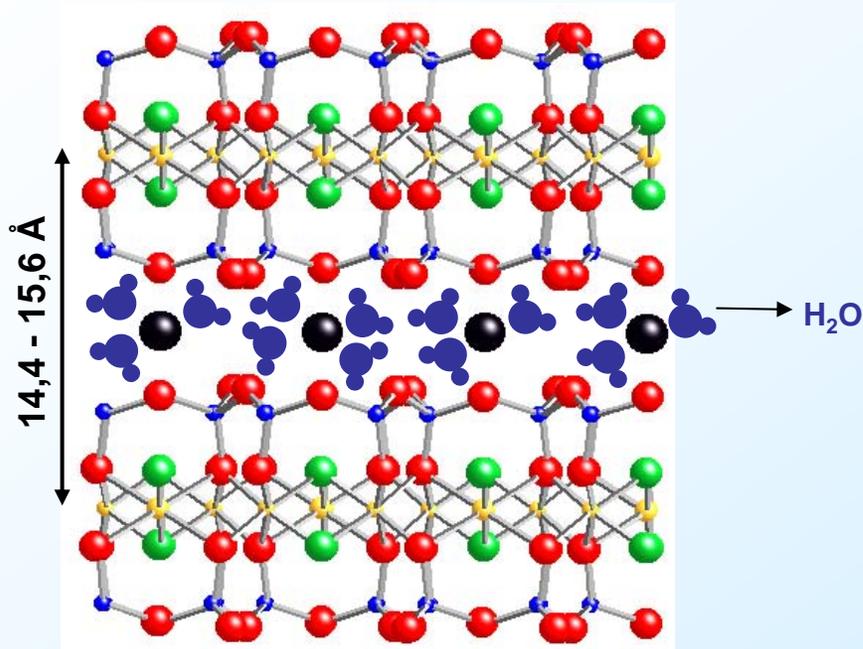
Pas d'effets sur les chlorites car feuillet hydroxylé dans l'espace interfoliaire

$T^\circ > 490^\circ \text{C}$   $\Rightarrow$  Disparition de la kaolinite

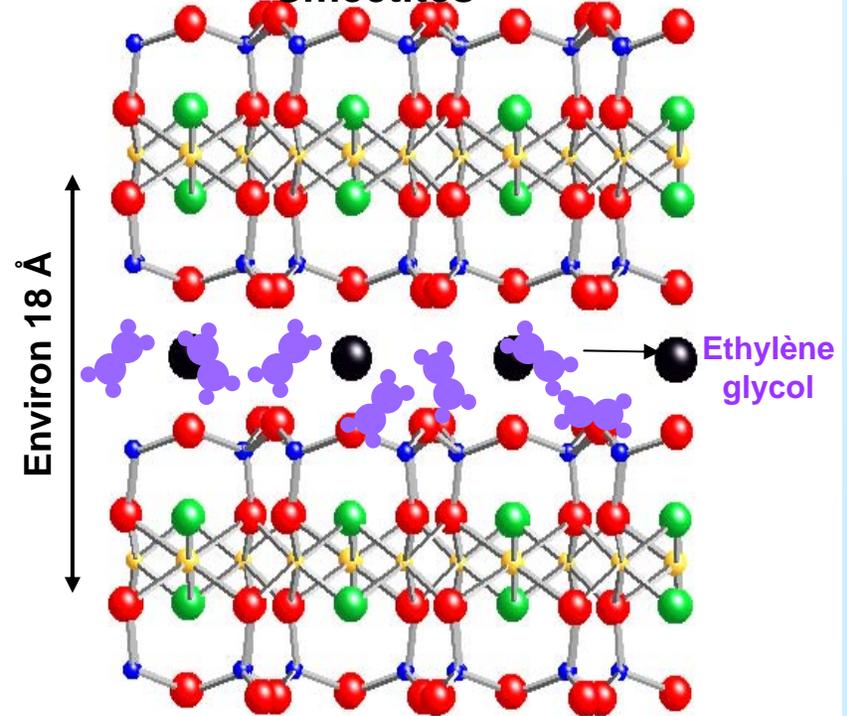
## Traitements physico-chimiques (2)

Ethylène-glycol  $\Rightarrow$  substitution de l'eau

Smectites



Smectites



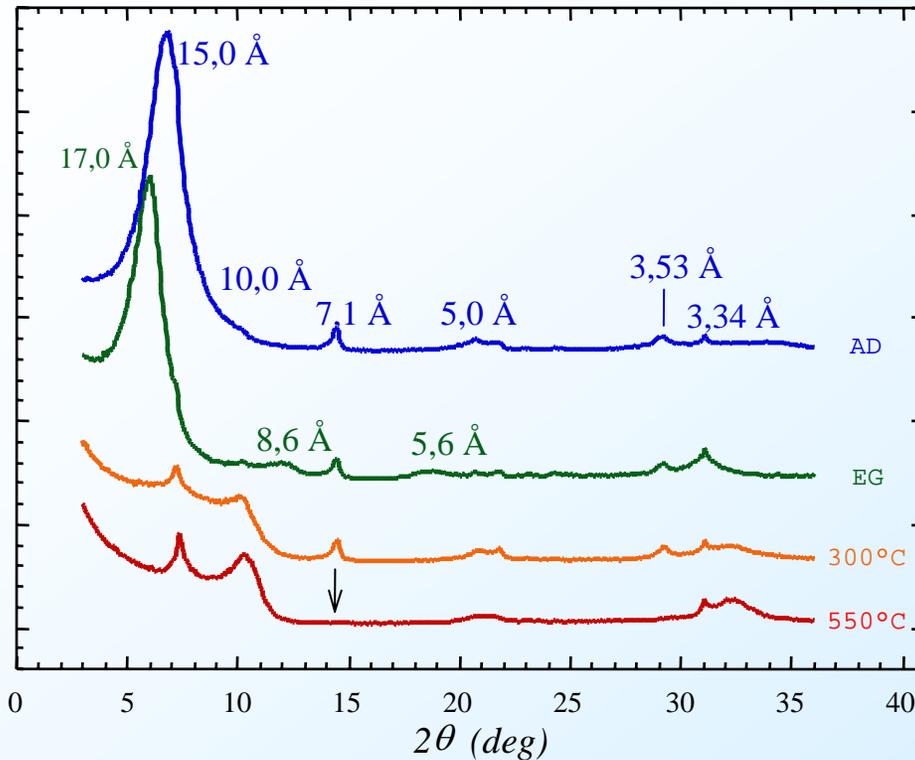
Pas d'effets sur les vermiculites car charge plus importante et molécules d'eau plus difficilement échangeables

## Bilan des variations cristallographiques des phyllosilicates selon les traitements physico-chimiques

Valeurs ( $\text{\AA}$ )  $d(001)$  en fonction des traitements physico-chimiques

	Air	Ethylène-glycol	Chauffé
Kaolinite	7	7	7 (disparaît 490°C)
Illites / Micas	10	10	10
Smectites	14	18	10
Vermiculites	14	14	10
Chlorites	14	14	14

# Exemple d'utilisation des traitements pour identifier un mélange d'argiles par diffraction des rayons X



- **Préparation séchée à l'air (Air Dry)**  
pic à  $15 \text{ \AA}$  :  
⇒ smectites, vermiculites, chlorites
- **Préparation soumise à l'Ethylène Glycol (EG)**  
pic à  $17 \text{ \AA}$  :  
⇒ présence d'argiles « gonflantes »  
⇒ smectites
- **Préparation chauffée à  $300 \text{ }^\circ\text{C}$**   
apparition d'un pic à  $10 \text{ \AA}$  :  
⇒ smectites  
pic à  $15 \text{ \AA}$  :  
⇒ présence de chlorites
- **Préparation chauffée à  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  :**  
pic à  $7.1 \text{ \AA}$  disparaît  
⇒ présence de kaolinite ?

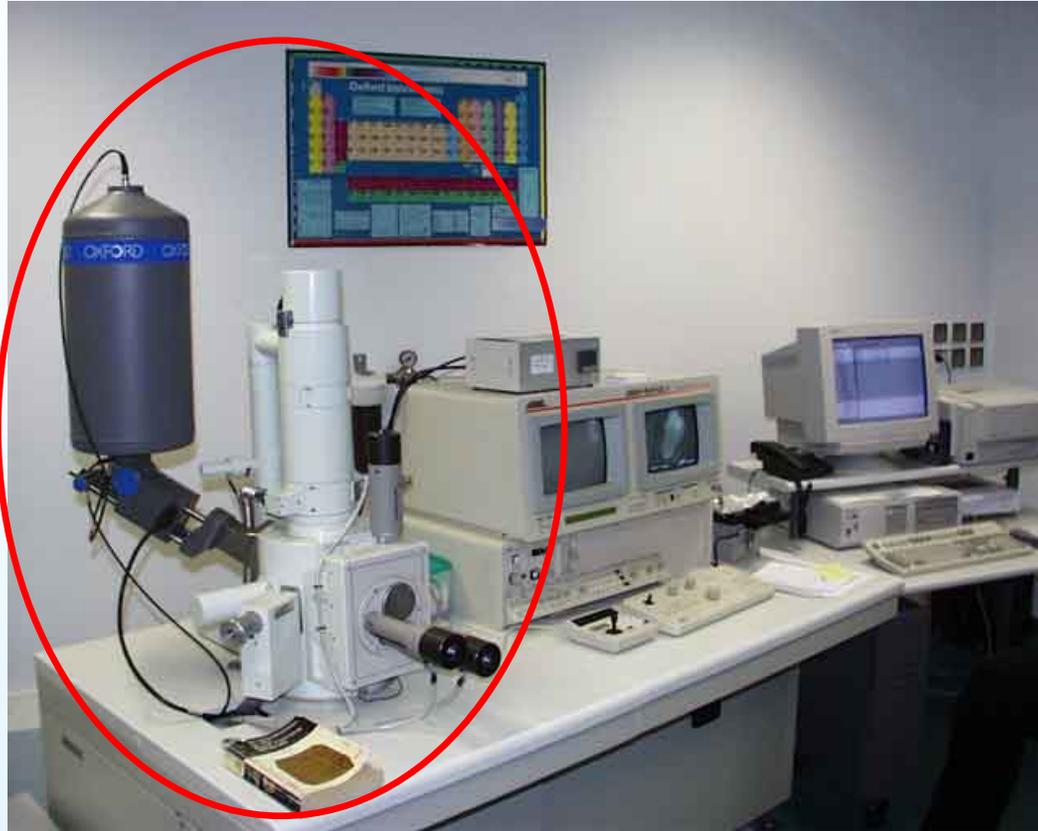
Diffraction X pour identifier les minéraux dans un échantillon

Mais: **quelle composition chimique?**

**Quelles associations spatiales entre les différents minéraux?**

**Quelle morphologie des minéraux?**

# La microscopie électronique à balayage (MEB)

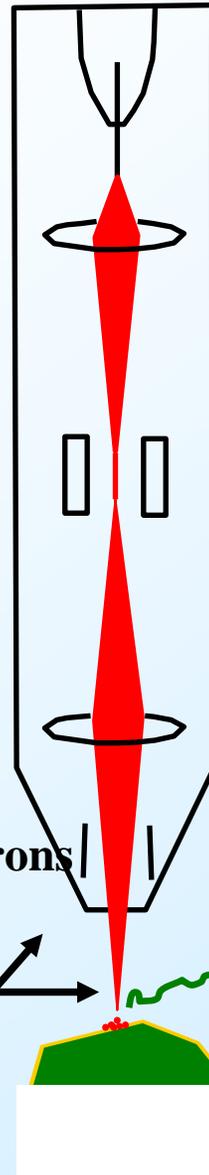


- + *Microscopie à l'échelle de quelques nanomètres*
- + *Imagerie de la morphologie des minéraux*
- + *Imagerie avec contraste chimique*
- + *Analyse chimique*

# Principe de la microscopie électronique à balayage

Canon à électrons

*Produit un faisceau d'électrons accélérés sous une tension de quelques kilovolts*



Moniteur vidéo

*points dont l'intensité lumineuse est proportionnelle au signal détecté*



Lentille focalisante:

*Donne un faisceau de taille très réduite sur l'échantillon*

**Balayage du faisceau d'électrons dans le plan horizontal**

*Permet d'avoir une image 2D*

Echantillon

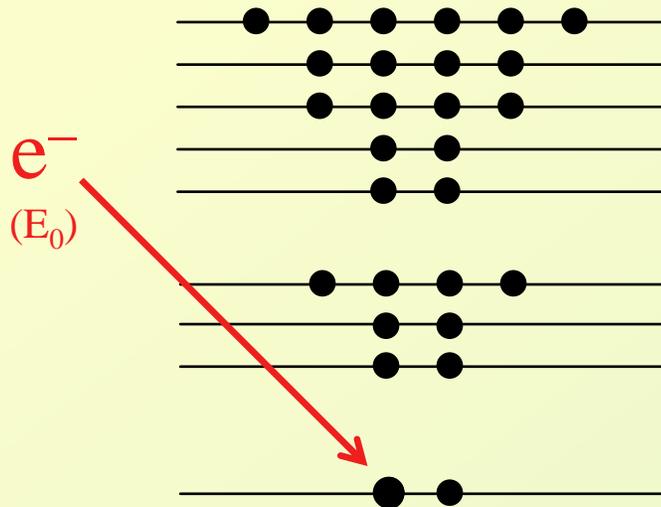
DéTECTEUR

**Signal= Electrons secondaires réémis par la surface de l'échantillon**

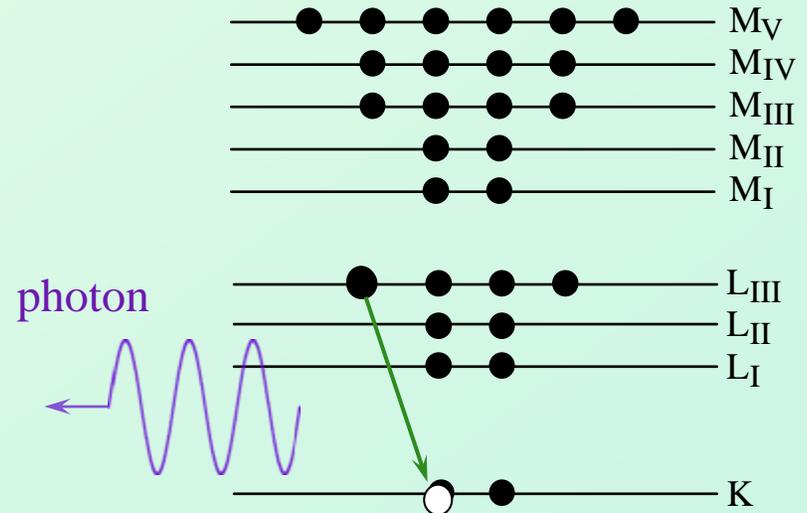
*Le nombre d'électrons réémis dépend de la topographie locale (cf après)*

## Origine physique des électrons secondaires

### Ionisation

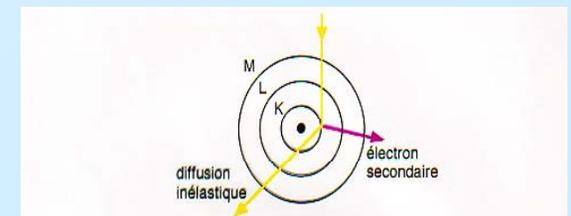


### Désexcitation radiative

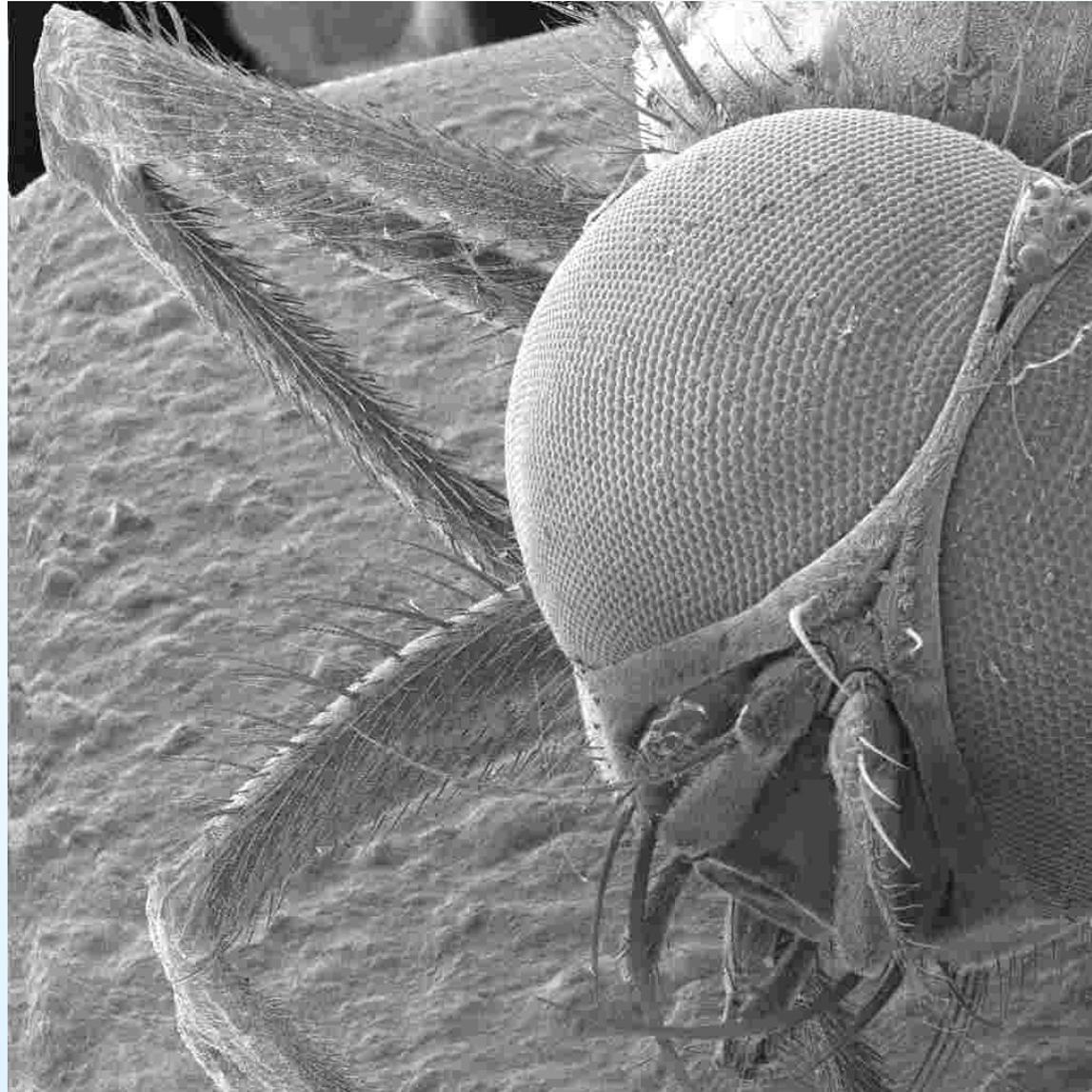


**Faible énergie des électrons secondaires  $\Rightarrow$  on ne récupère sur le détecteur que ceux venant de la surface**

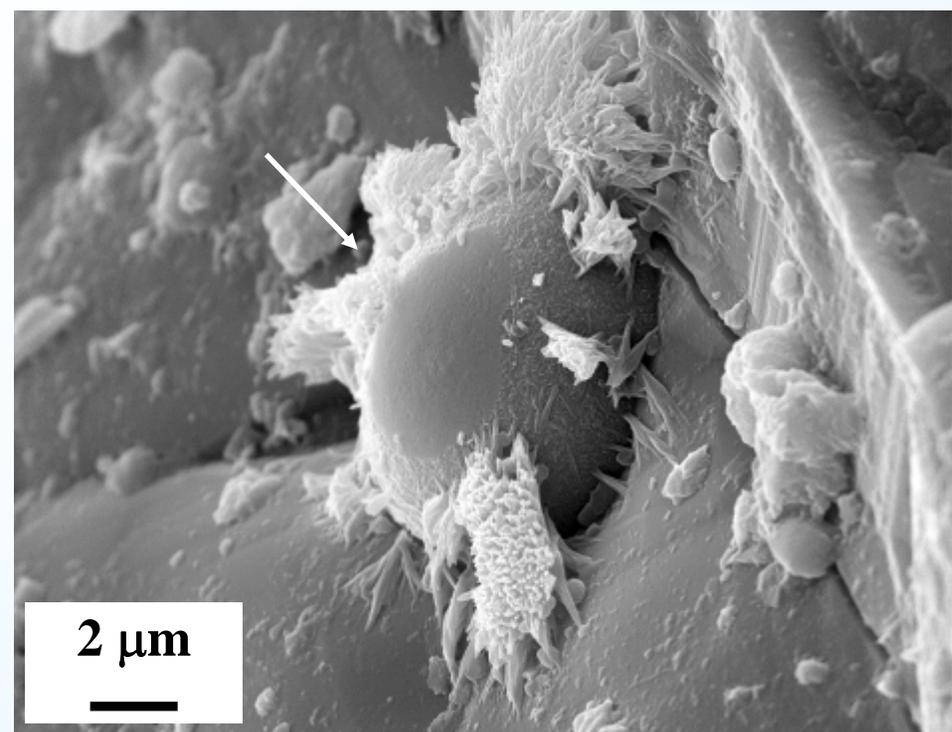
$\Rightarrow$  On a accès à la topographie en mode électrons secondaires



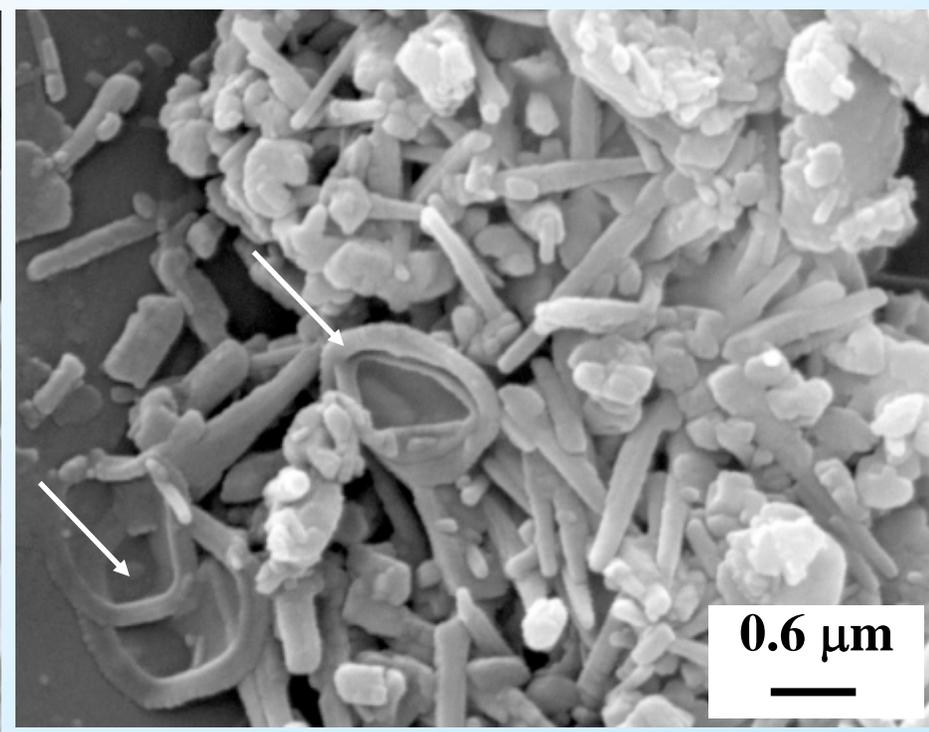
## Exemples d'images obtenues en mode électrons secondaires



## Exemples d'images obtenues en mode électrons secondaires

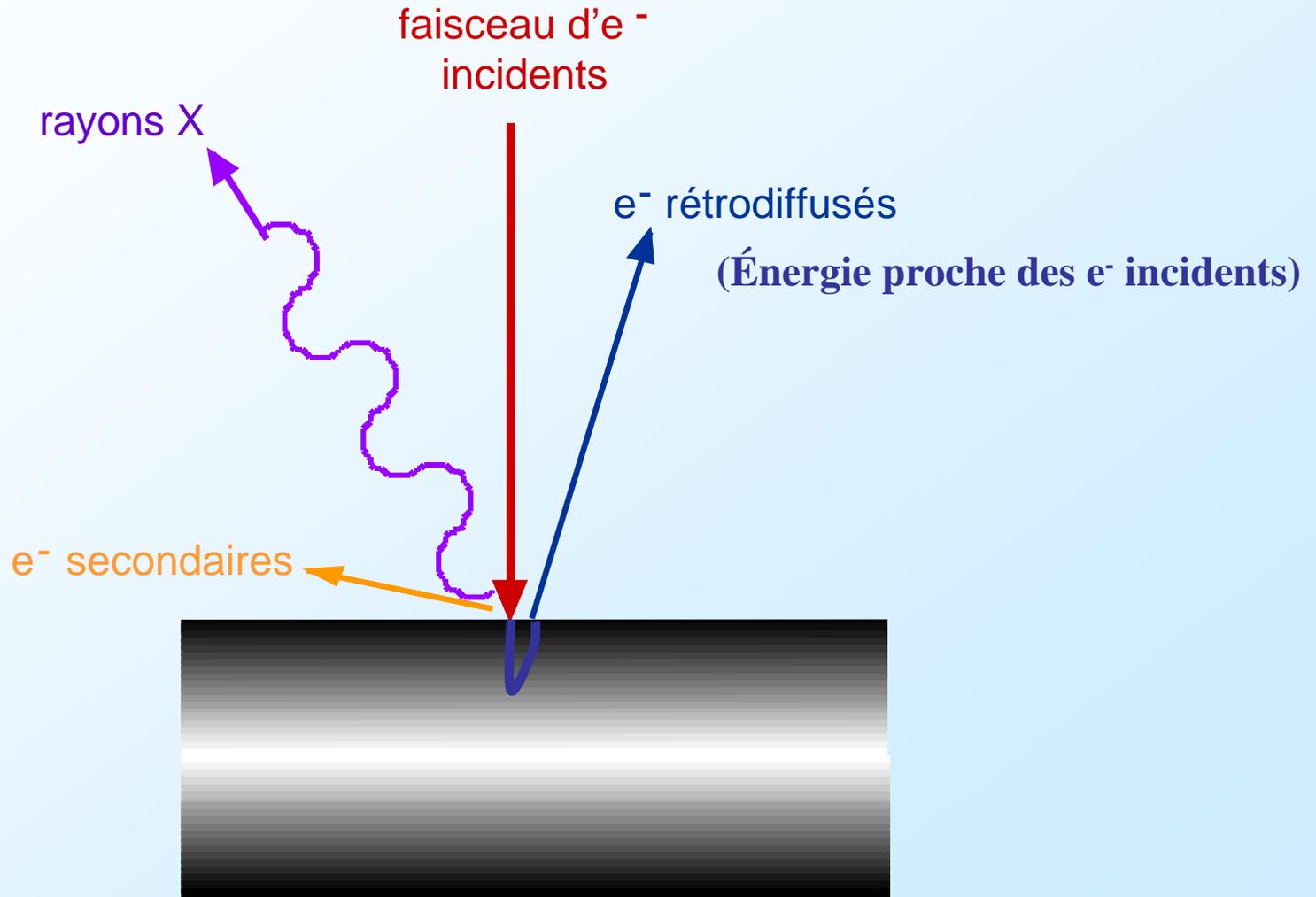


Microorganisme partiellement minéralisé sur la météorite de Tataouine

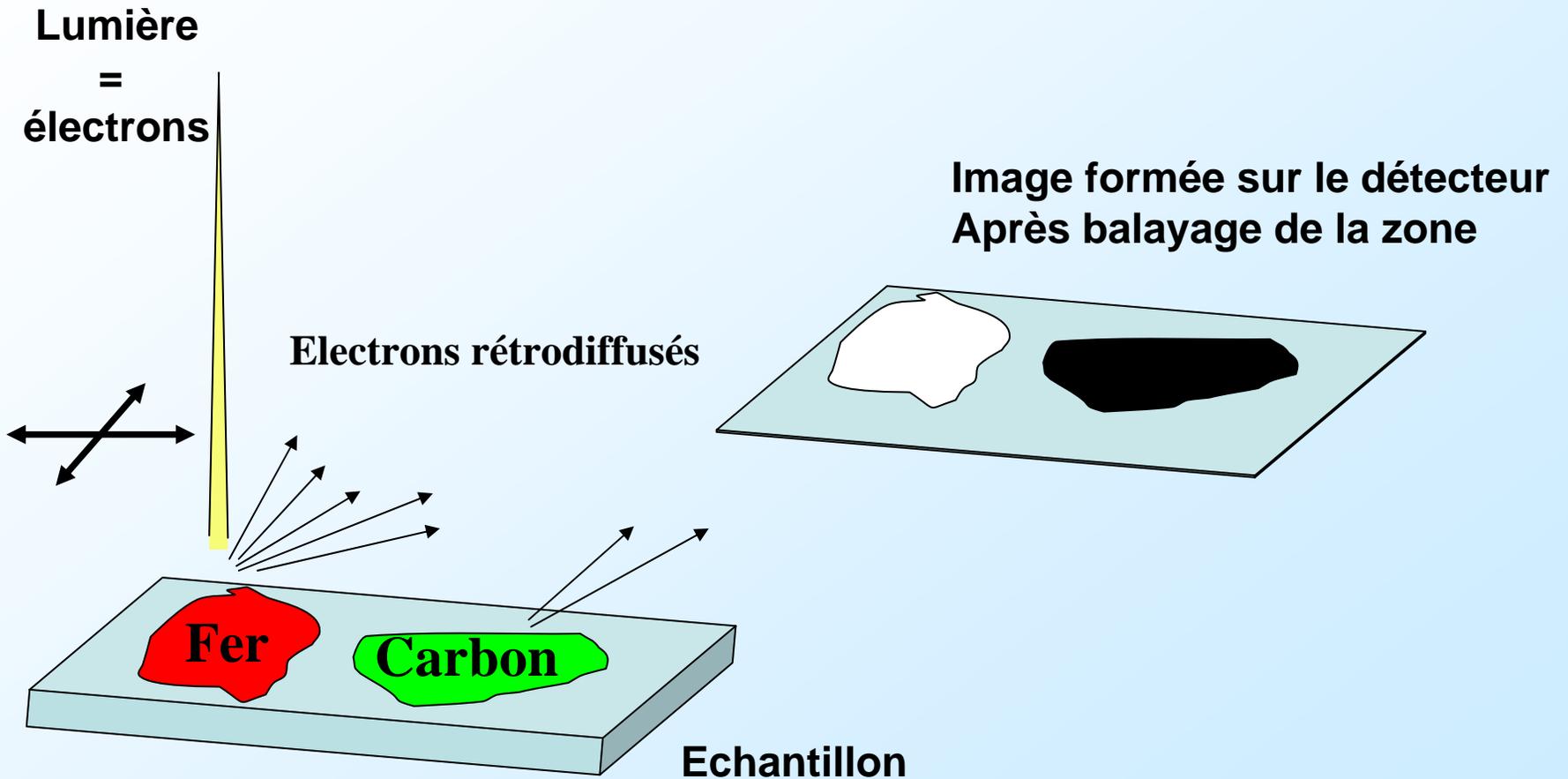


Nanocristaux de calcite en baguettes avec des fragments de microorganismes (flèches)

# D'autres signaux sont émis par l'échantillon lors de l'interaction électrons incidents/échantillon

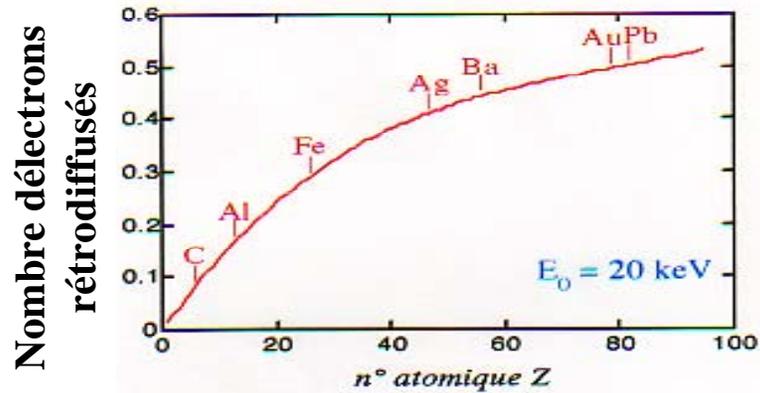


# Les électrons rétrodiffusés

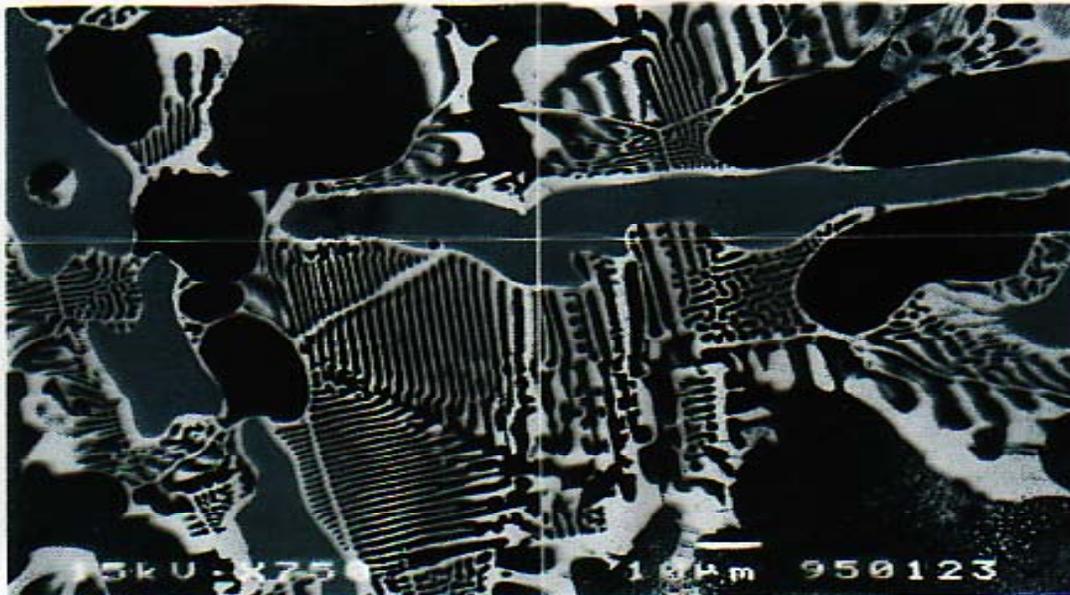


# Le contraste des images en mode électrons rétrodiffusés est un contraste chimique

CONTRASTE DE NUMERO ATOMIQUE

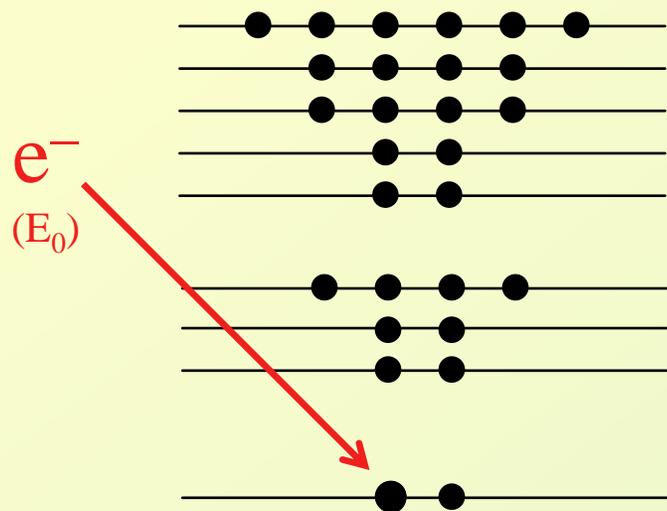


⇒ FORT CONTRASTE  $\Delta Z \approx 0.1$

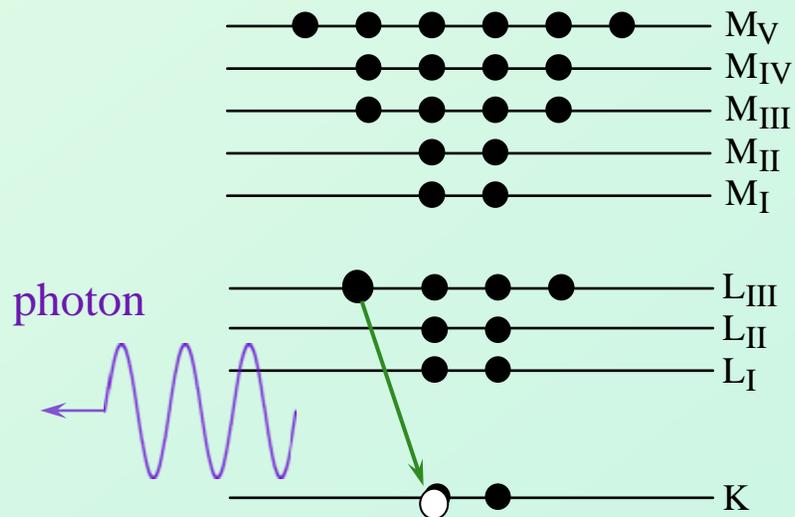


# Principe de l'émission X?

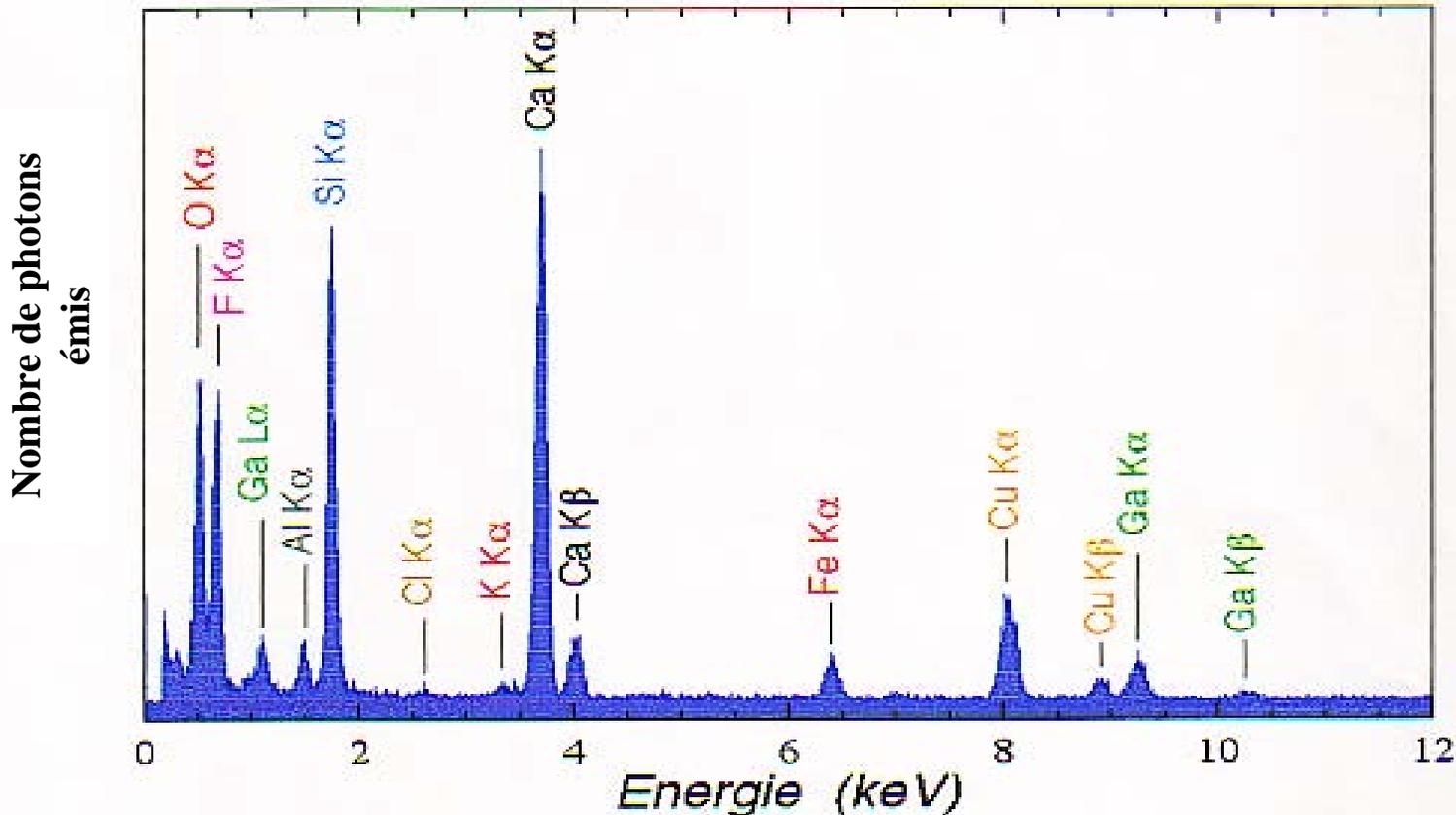
## Ionisation



## Désexcitation radiative



# Spectre mesuré par le détecteur pour un échantillon contenant plusieurs éléments chimiques



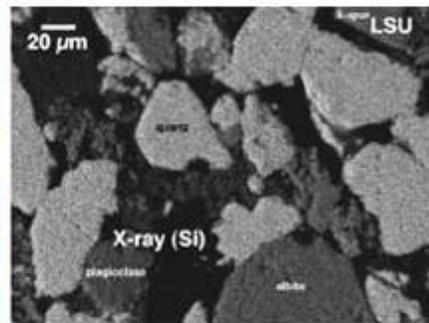
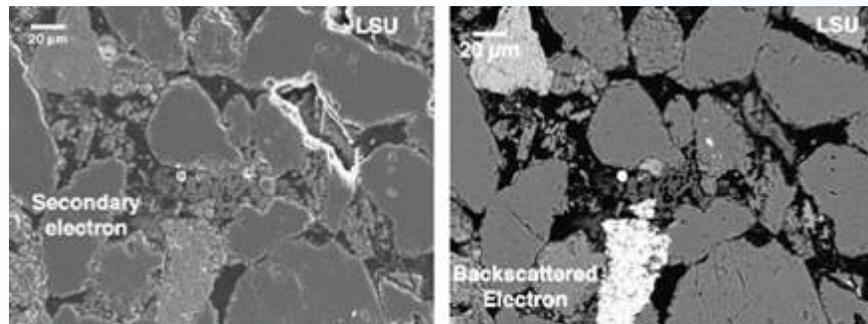
**Chaque élément chimique émet des photons X à une énergie caractéristique**

⇒ On peut analyser la composition chimique de l'échantillon

→ la hauteur du pic est liée à la concentration de l'élément

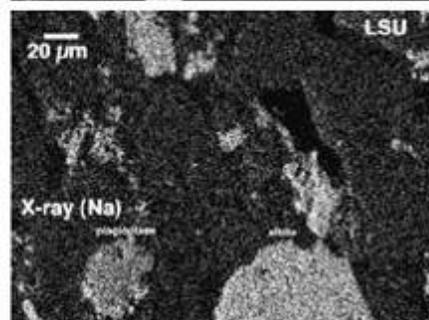
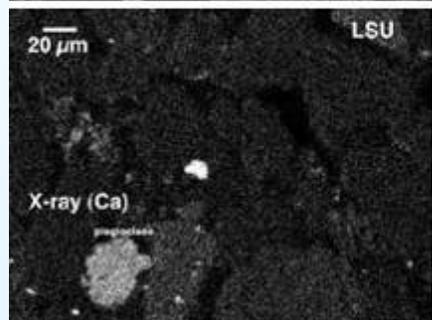
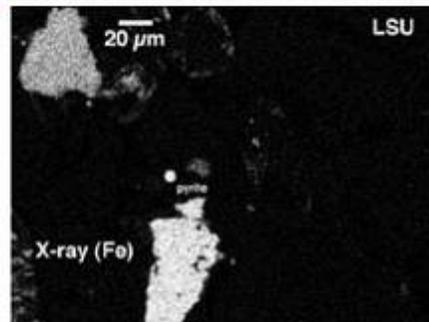
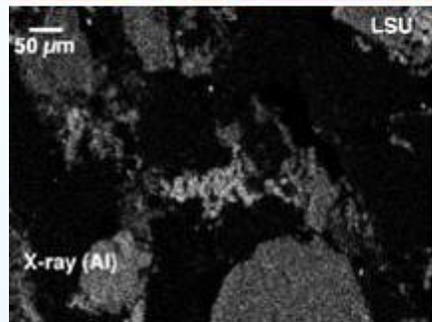
→ On peut faire la cartographie d'un élément chimique donné

# Comparatif des différents modes sur un même échantillon



D'après ces données:

Commenter la minéralogie des différents grains observés  
Expliquer les contrastes pour chacune des images



## Calcul de la formule structurale d'une olivine

L'objectif est de passer de la composition en % poids d'oxyde donnée par les analyses chimiques en fraction molaire en respectant la formule de l'architecture du minéral. Les olivines forment une solution solide entre la fayalite et la forstérite

OLIVINE	[1]	Masse Mol. [2]	Prop. mol. [3]	Cations/mol [4]	Nb cations [5]	Ox/mol [6]	Nb oxygènes [7]	Nb/cations 4 [8]
SiO <sub>2</sub>	34,96	60,09	0,58	1	0,58	2	1,164	0,99
FeO	36,77	71,85	0,51	1	0,51	1	0,512	0,87
MgO	27,04	40,3	0,67	1	0,67	1	0,671	1,14
MnO	0,52	70,94	0,01	1	0,01	1	0,007	0,01
Total	99,29						2,354	

Colonne [2] : masse molaire moléculaire

Colonne [3] : proportions moléculaires. Résultat de la division de la composition par la masse molaire de l'oxyde

Colonne [4] : nombre de cations dans une mole d'oxyde

Colonne [5] : nombre de cations à partir de la composition. Multiplier [3] par [4]

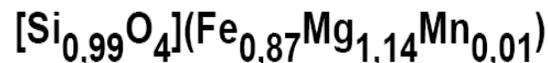
Colonne [6] : nombre d'oxygène dans chaque oxyde. Comptabiliser le nombre d'oxygènes dans chaque oxyde

Colonne [7] : multiplier la proportion moléculaire par [3] le nombre d'oxygène [6]. Faire le total

Colonne [8] : diviser le résultat de l'étape [5] par le total de l'étape [7] et multiplier par le nombre d'oxygène du modèle d'architecture (attention : les oxygènes liés à l'eau ne sont pas comptabilisés).

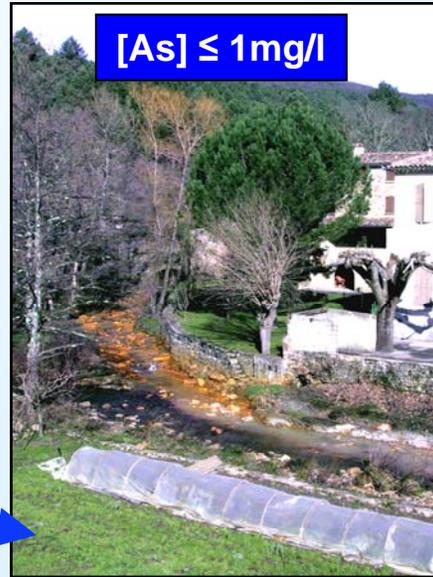
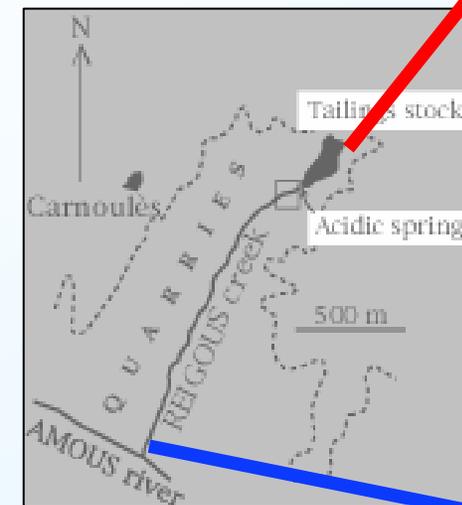
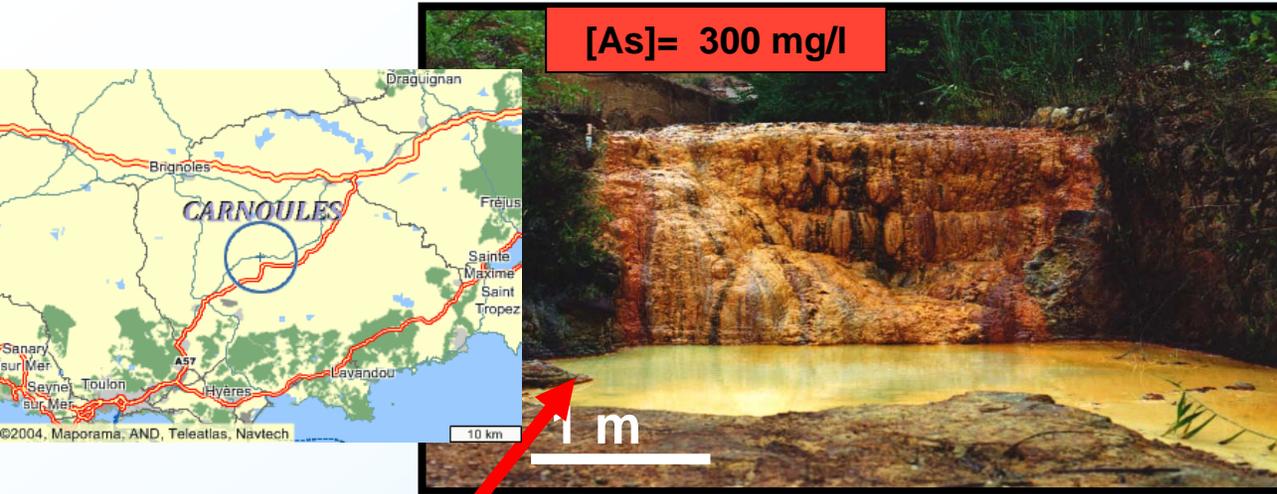
Dans le cas de l'olivine, c'est 4.

La formule structurale est :

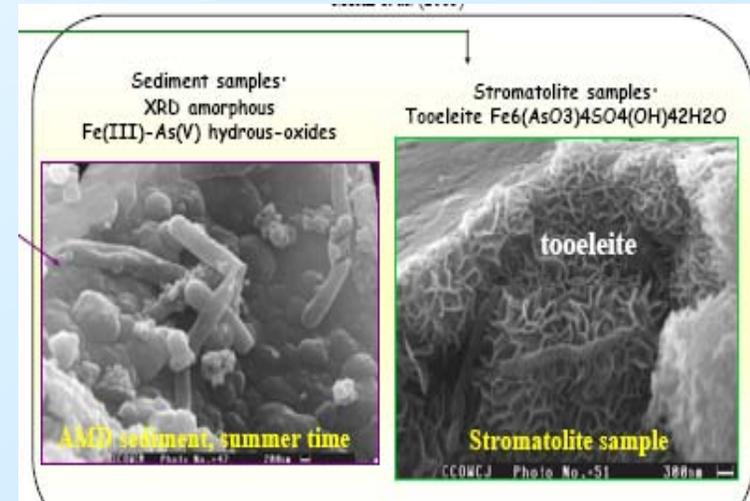


Le rapport Fe/(Fe+Mg) est de 0,43, soit 43% de fayalite dans cette olivine.

# Autre exemple d'application de la minéralogie: Comprendre et lutter contre les pollutions



## Microscopie Electronique en Balayage



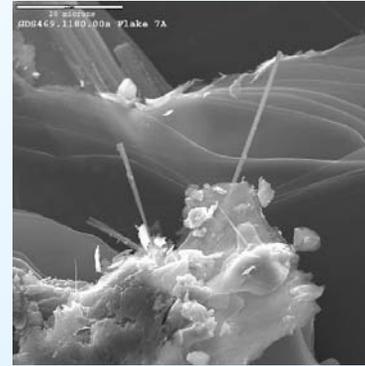
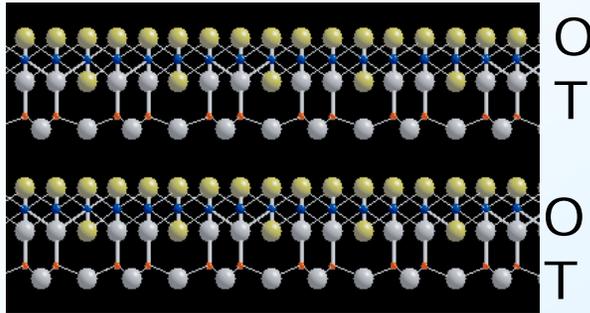
+ Diffraction des Rayons X



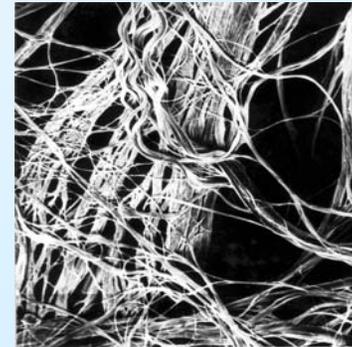
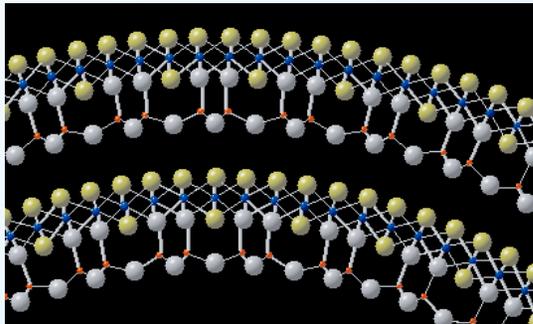
# A la découverte d'une nouvelle variété de serpentine

## Structure des serpentines $Mg_3Si_2O_5(OH)_2$

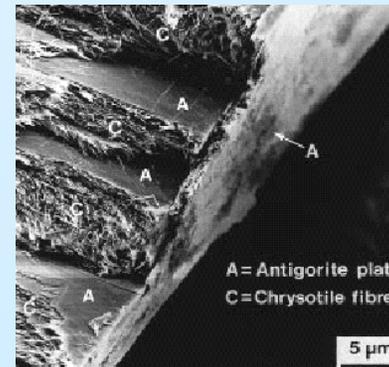
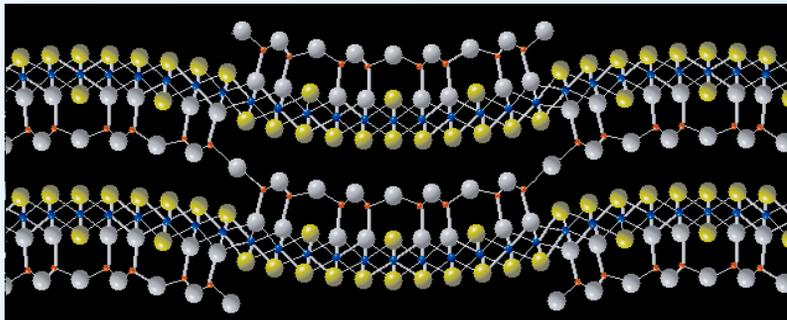
Lizardite



Chrysotile

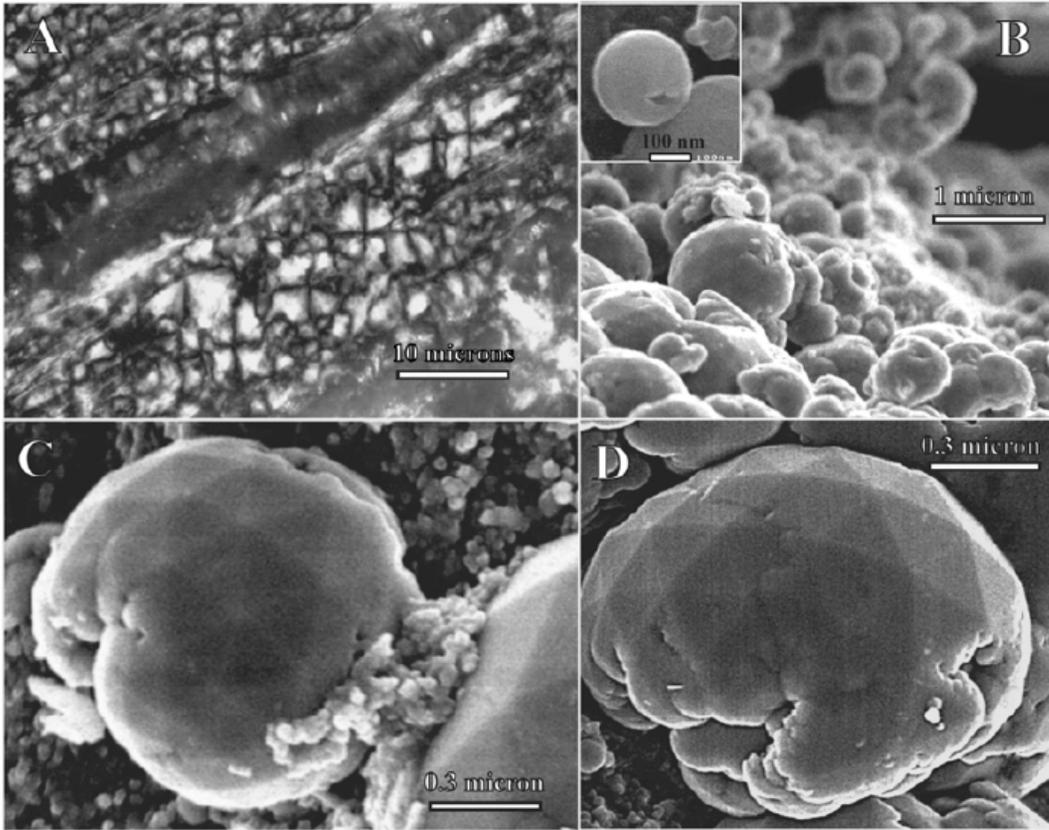


Antigorite



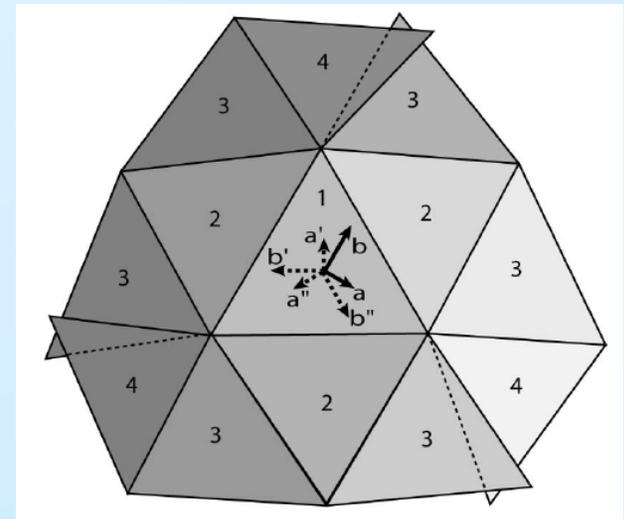
- Oxygen
- Hydroxyl
- Magnesium
- Silicon

# A la découverte d'une nouvelle variété de serpentine

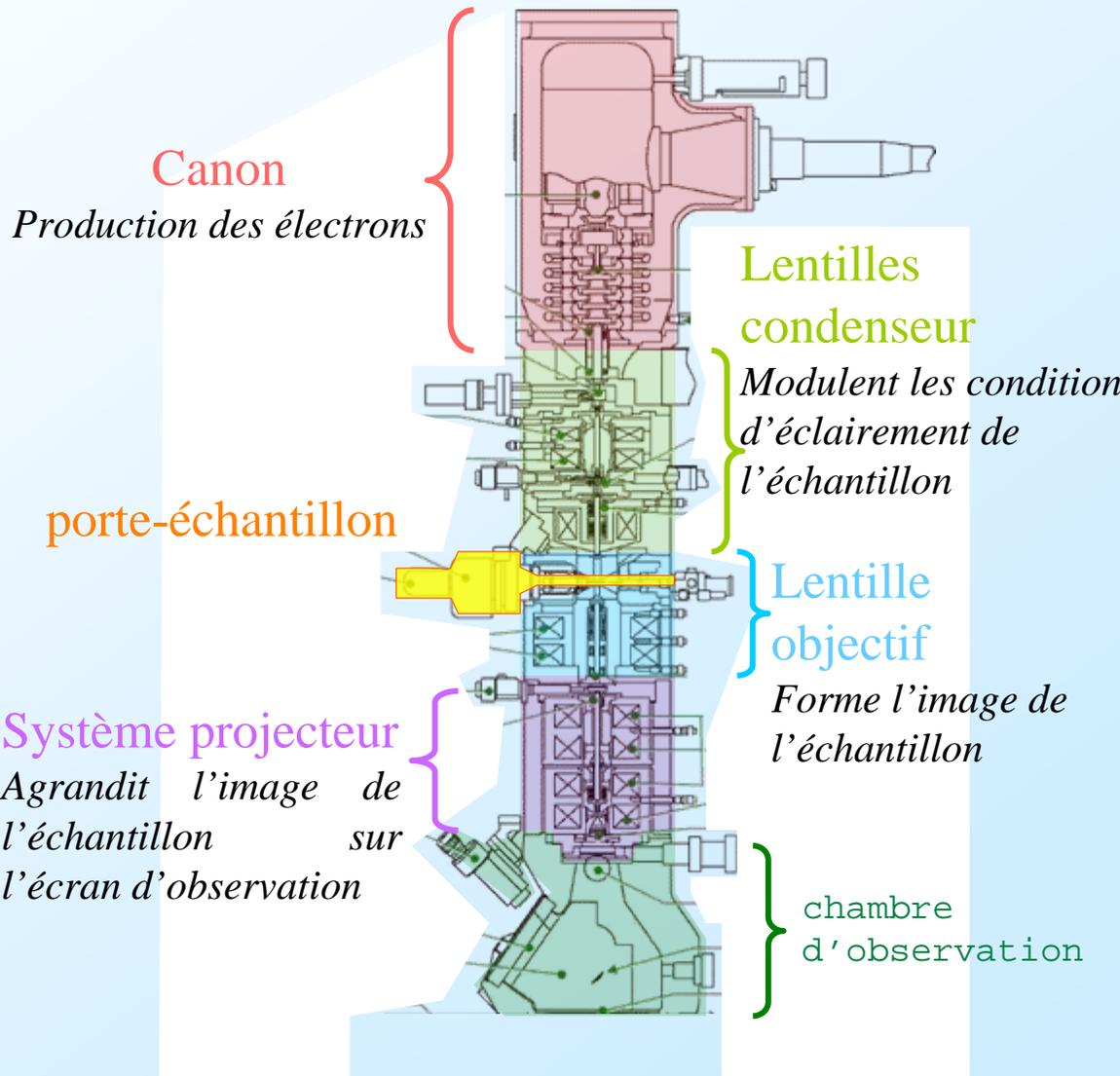


## Serpentines sphériques

Baronnet, Andreani et al, 2007

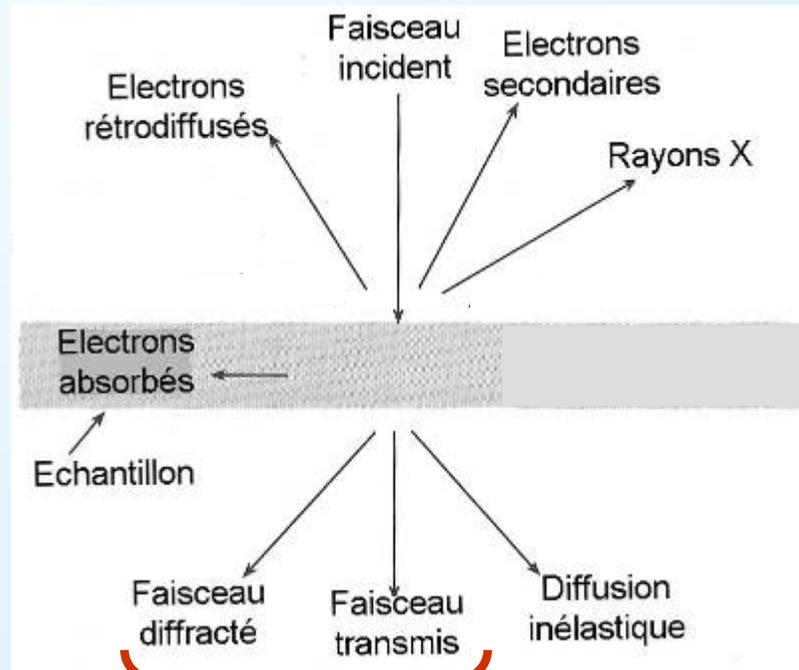


# La Microscopie Électronique en Transmission (MET)



# Microscopie électronique en Transmission

*Interaction électron-matière*



*EDX*

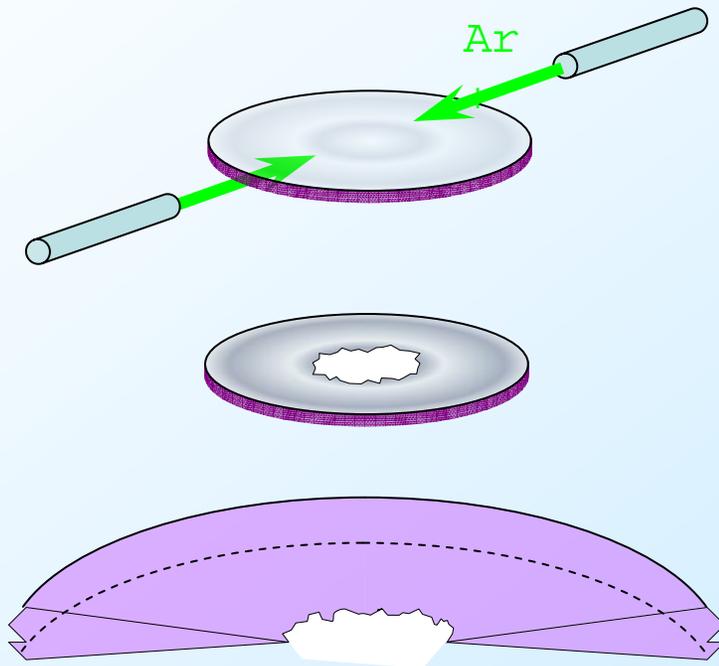
*Imagerie et diffraction*

*EELS*

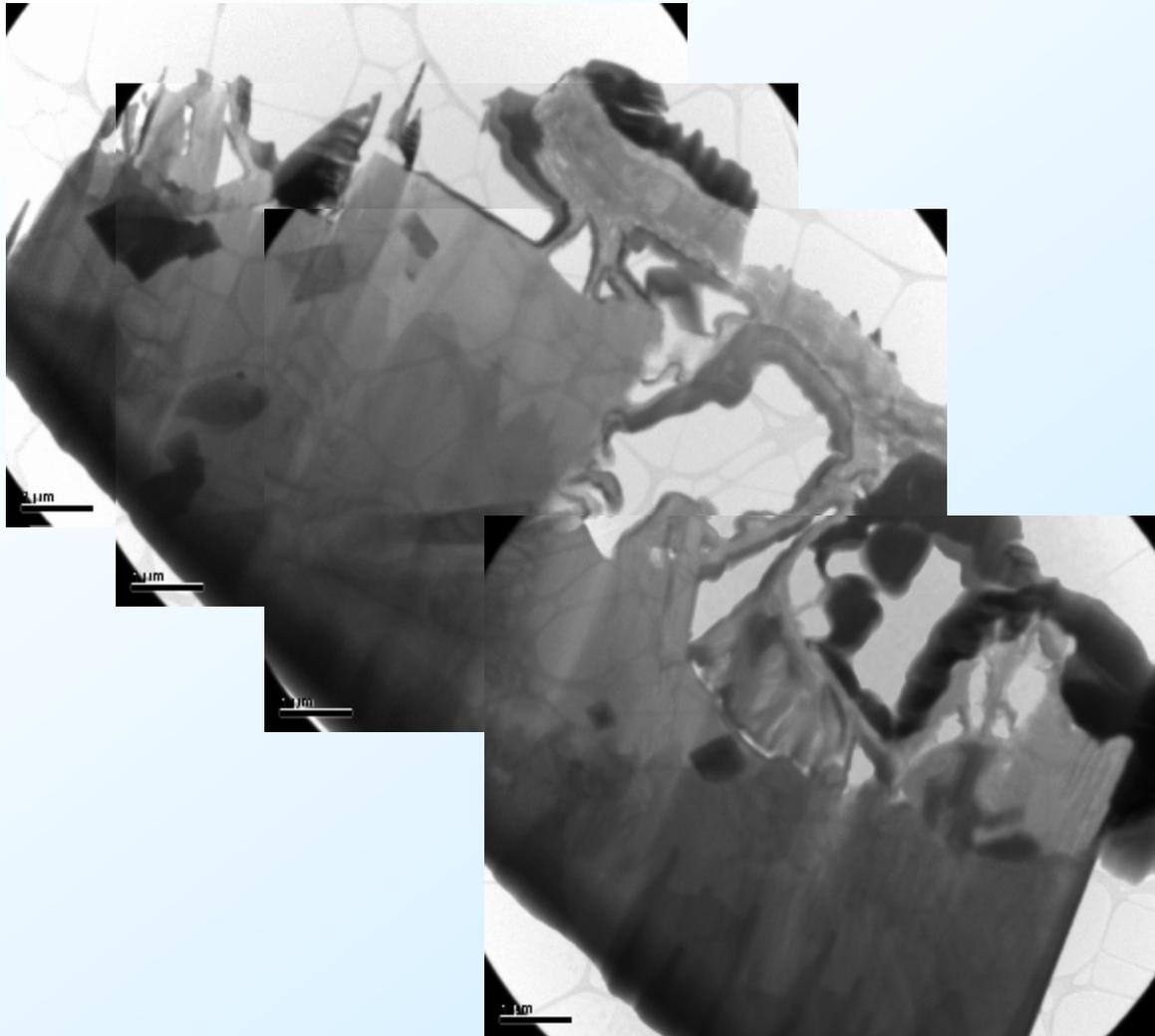
# Échantillon de MET

- transparent aux électrons de 200 keV
- épaisseur < 100 nm impératif !!!
- 20 nm : idéal

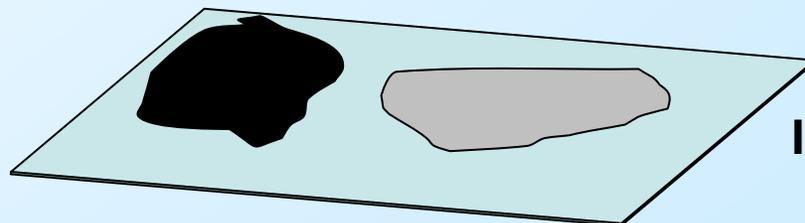
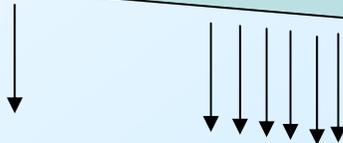
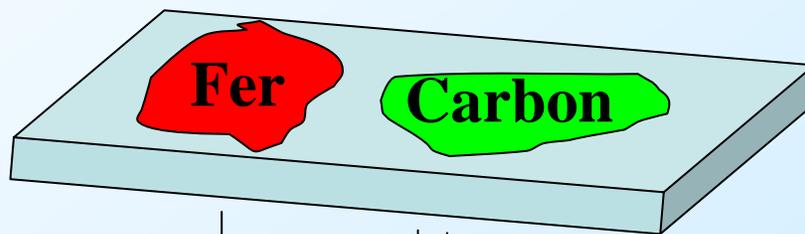
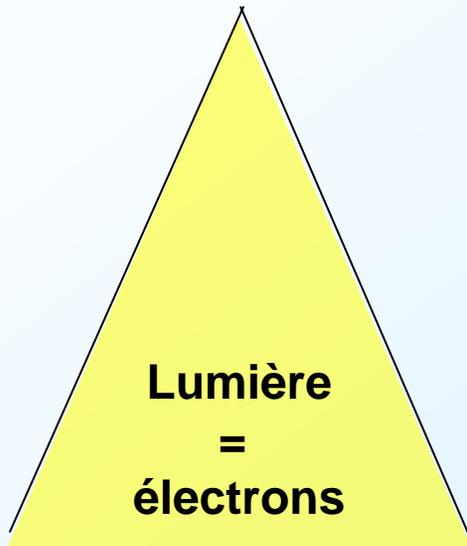
Amincissement ionique



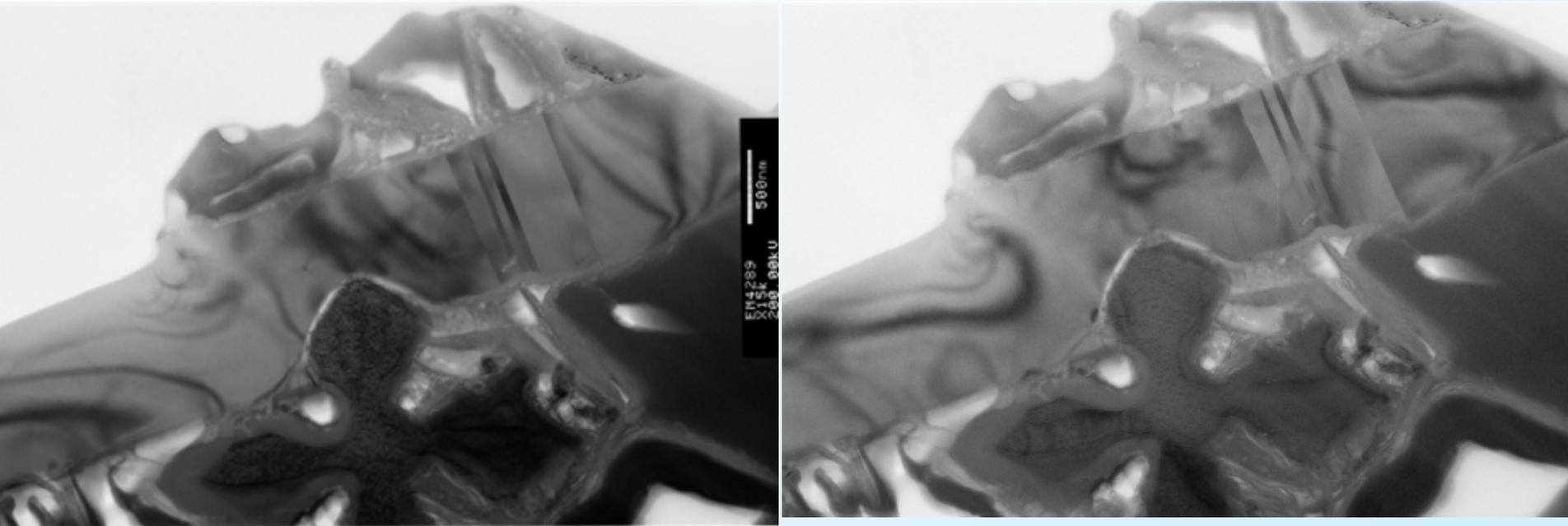
# Imagerie par contraste d'absorption



**Les zones les plus sombres sont composées d'éléments plus lourds (qui absorbent plus d'électrons)**  
**Ici les différences de contraste ne sont pas énormes**



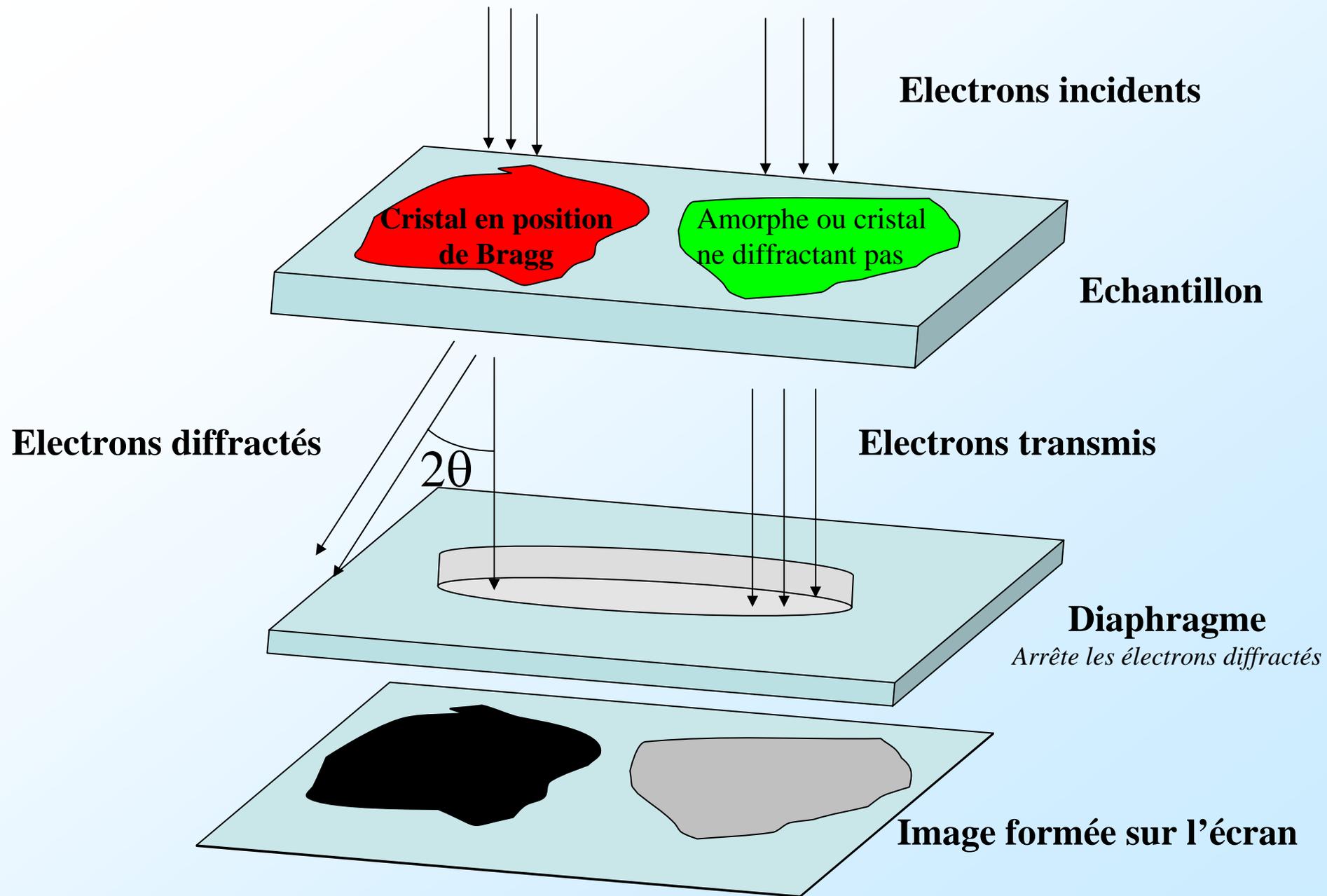
## Mais le contraste le plus fort est un contraste de diffraction



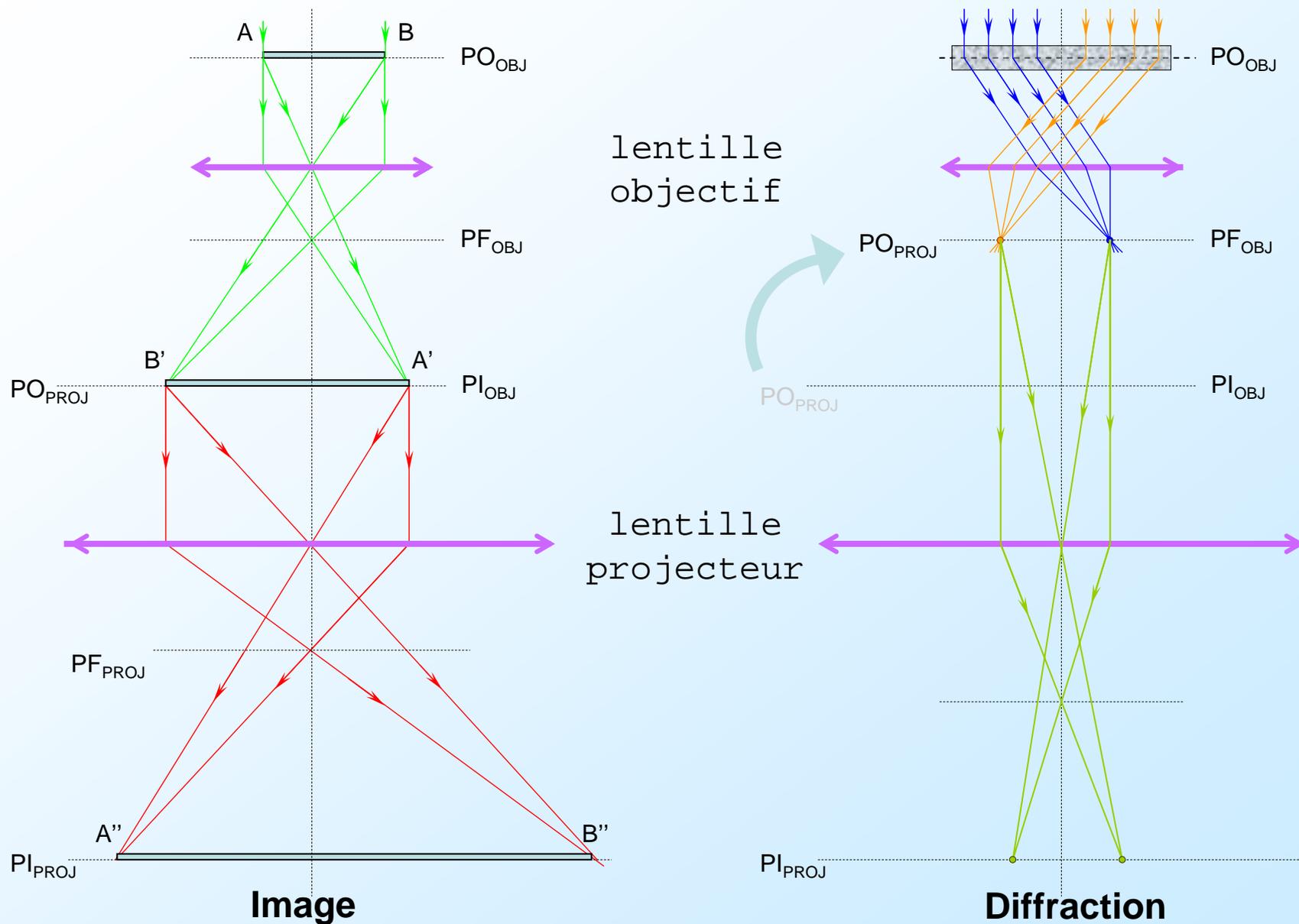
**On a tourné légèrement l'échantillon et le contraste change  
(La croix devient moins sombre, le contraste change au dessus de la croix...)**

**Lorsque l'on fait tourner l'échantillon, certaines zones passent en position de Bragg, d'autres sortent de la position de Bragg. Une zone qui est position de Bragg (=qui diffracte) est sombre.**

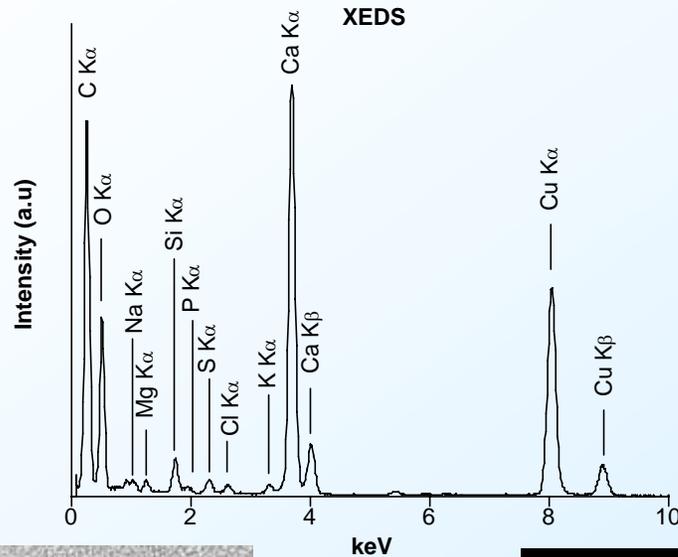
**On a donc une information sur la structure des minéraux**



# Mode IMAGE et mode DIFFRACTION



# Résumé des informations apportées par le M.E.T



Analyse chimique de la particule  
Par rayons X émis

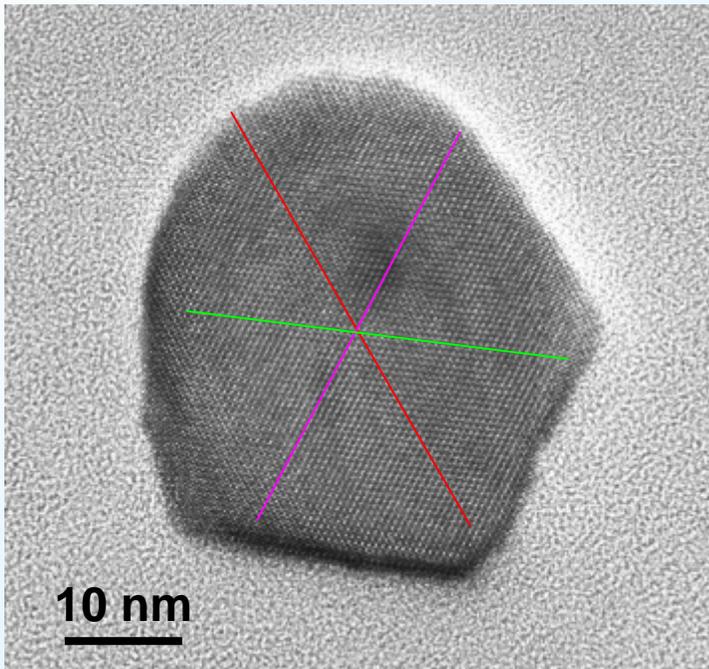
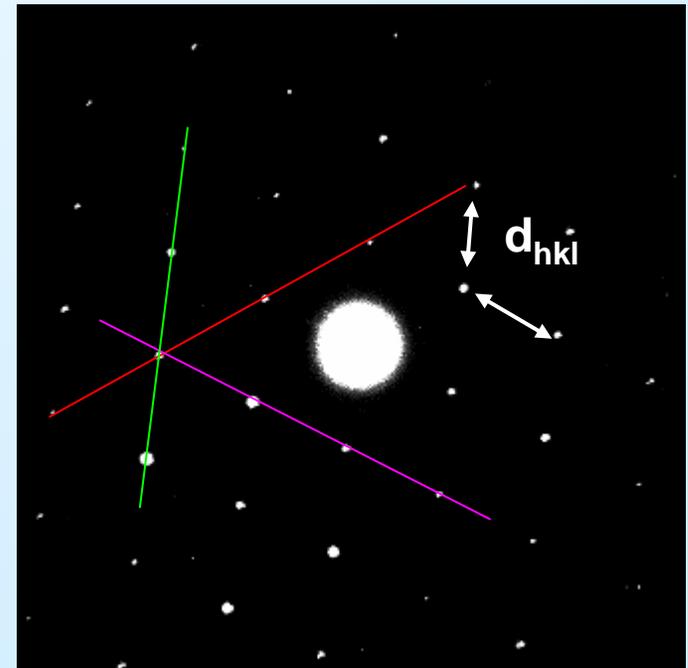


Image d'une particule

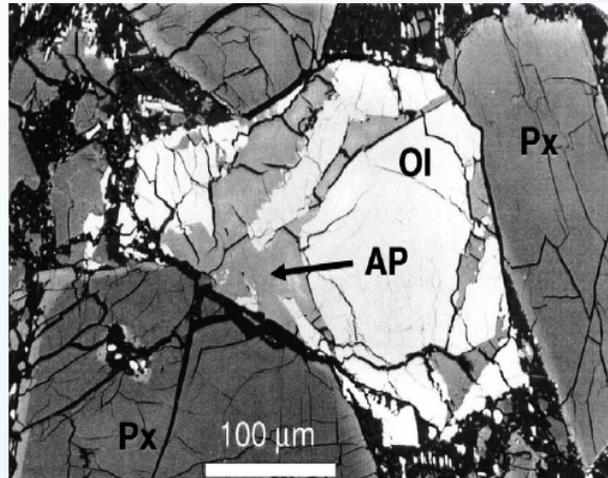


Diffraction= structure atomique de la particule

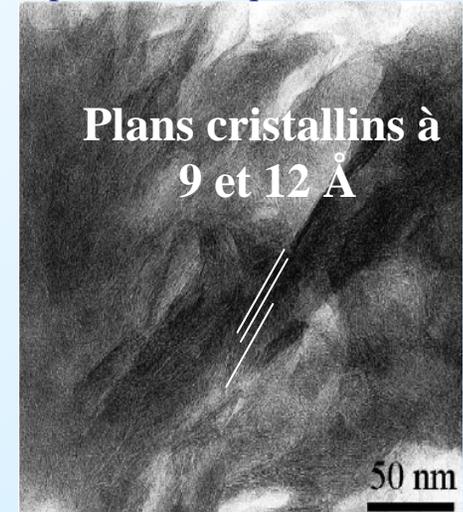
# Exemple d'application de la minéralogie: comprendre l'histoire du système solaire par l'étude des météorites



Microscopie Electronique en Balayage



Microscopie Electronique en Transmission



Traces d'altération aqueuse dans la météorite martienne NWA817. Gillet et al., EPSL (2002)

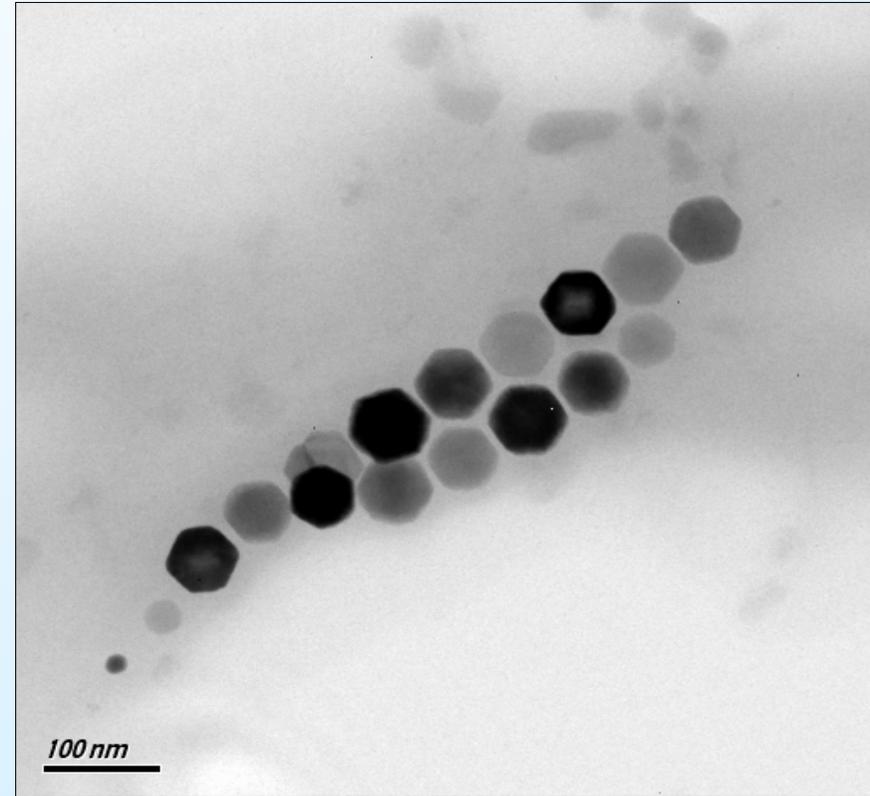
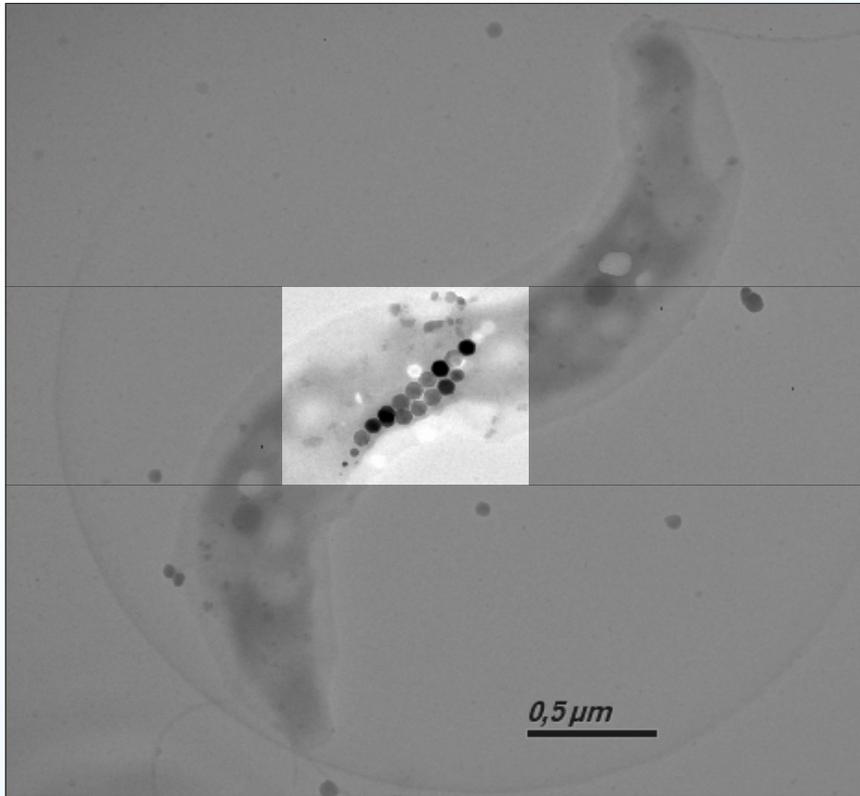
Composition chimique de la phase d'altération par EDX

Table 1  
Major element composition of the alteration products in NWA 817 and other nakhlites (in wt%)

	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO	MnO	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	Total
NWA 817 – alteration products in the mesostasis											
#1	47.35	0.01	2.46	0.00	27.15	0.23	8.66	0.18	0.06	0.47	86.57
#2	45.01	0.09	3.09	0.00	30.56	0.36	5.92	0.16	0.03	0.42	85.64
Average, n = 16	46.51	0.03	2.26	0.01	28.42	0.28	7.56	0.14	0.06	0.42	85.68
NWA 817 – alteration products in olivine crystals											
#3	43.31	0.06	0.17	0.00	35.87	0.43	6.40	0.19	0.13	0.47	87.03
#4	42.82	0.04	0.05	0.02	37.34	0.58	5.10	0.12	0.21	0.45	86.72
Average, n = 25	42.82	0.06	0.21	0.03	36.45	0.55	5.69	0.25	0.18	0.41	86.65
Nakhla 'rust' [3]	40.20	0.02	0.74	0.03	34.10	0.63	6.82	1.14	1.16	0.60	85.44
Lafayette iddingsite (total arbitrary fixed to 86%) [4]											
	42.79	0.01	4.16	0.00	25.28	0.42	12.11	0.61	0.26	0.36	86.00

La phase d'altération (AP) est une smectite: Altération post magmatique à moins de 500°C, il y a moins de 1,3 Ga. Ces minéraux gardent la trace d'une eau martienne d'il y a 1.3 Ga!

# Bactéries magnétotactiques



- Découvertes par Blakemore

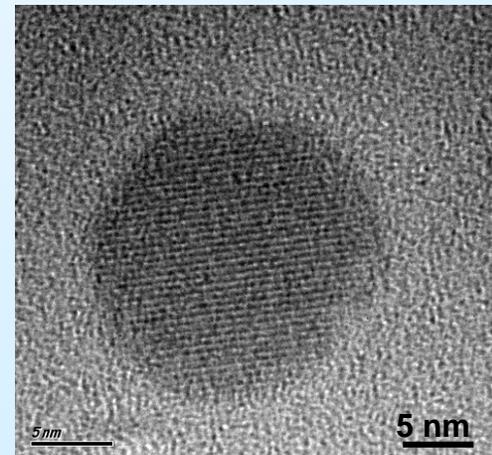
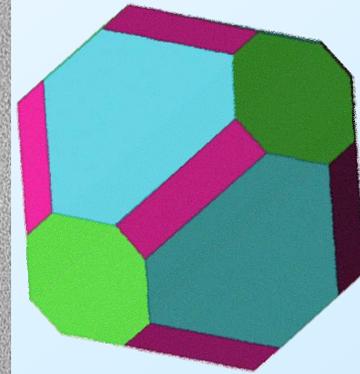
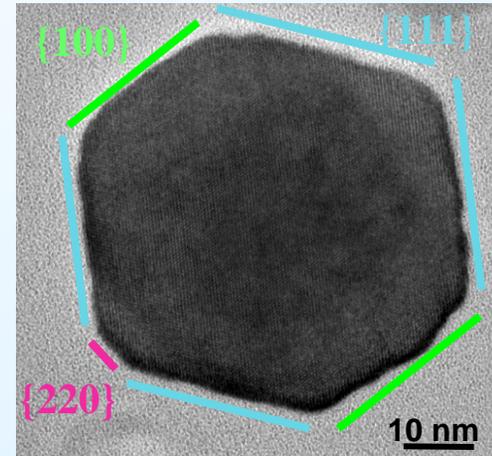
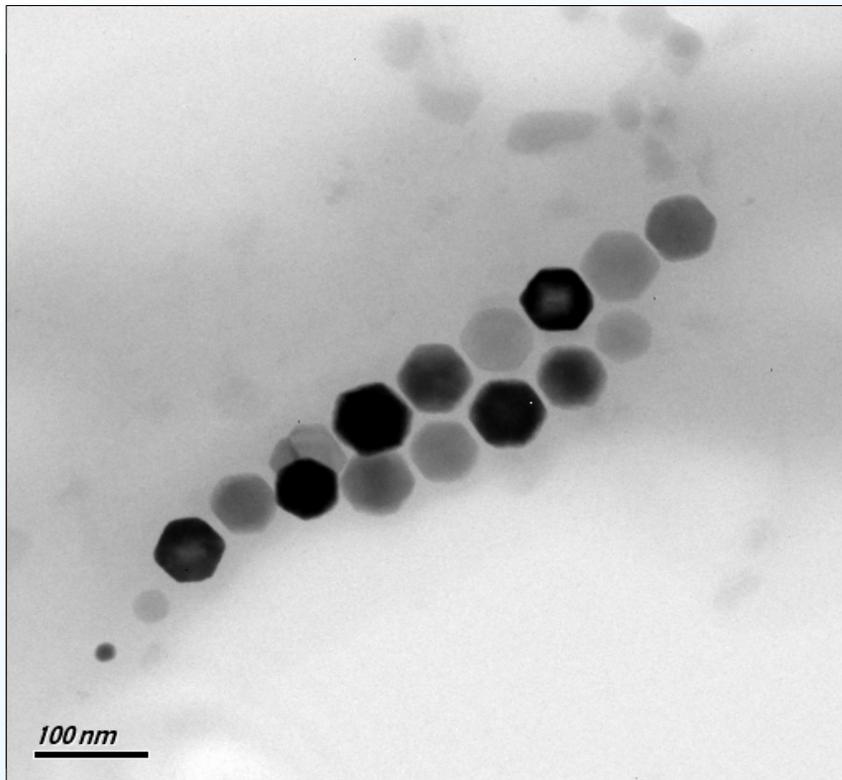
Science 190 (1975), 377-379.

- possèdent des chaînes de magnétosomes :
  - membrane phospholipidique
  - cristaux magnétiques :
    - magnétite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et/ou greigite  $\text{Fe}_3\text{S}_4$

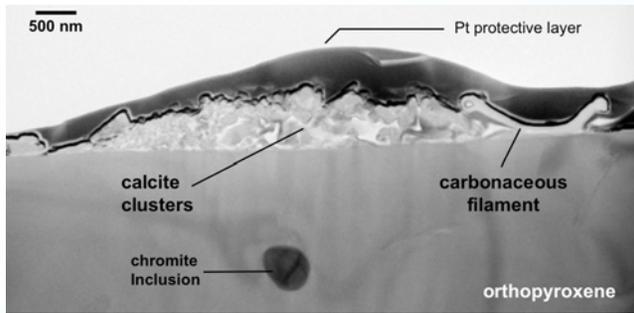
# Bactéries magnétotactiques

## Étude des morphologies

### Magnetospirillum III

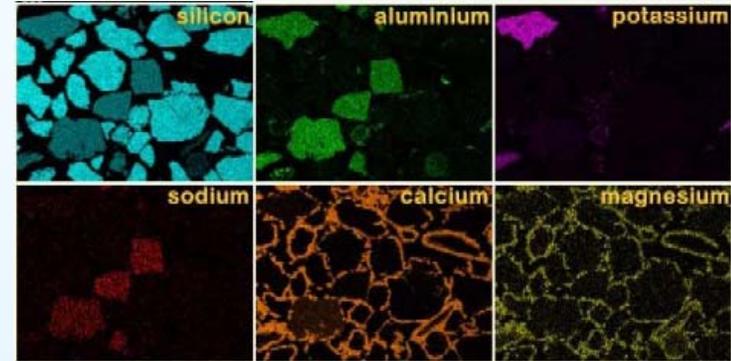


- Pour Magnetospirillum III : habitus cubo-octaédrique
- Pour les petites tailles : faces {111} moins développées ?



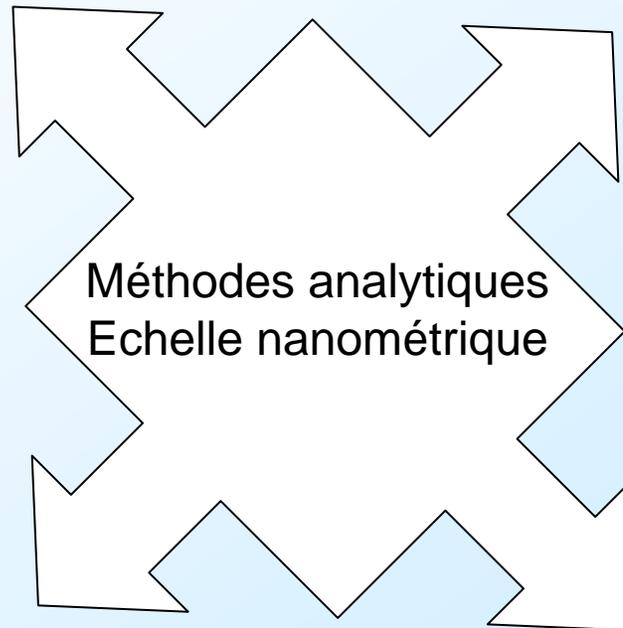
### Imagerie et diffraction

Ex: dissolution d'un pyroxène

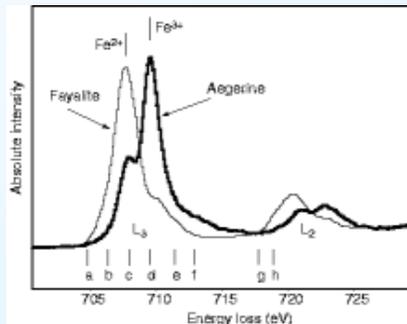


### Cartographie chimique

Ex: pétrologie d'un grès

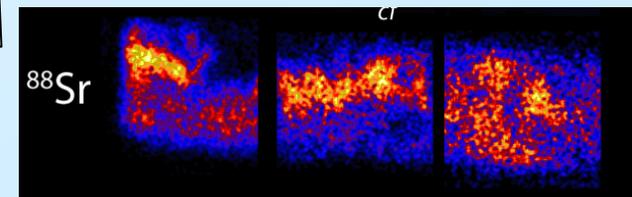


Méthodes analytiques  
Echelle nanométrique



### Spectroscopie d'absorption

Ex: état d'oxydation du fer dans des silicates



### Spectrométrie de masse

Ex: répartition des éléments traces dans un échantillon HP