

## Règles de fonctionnement du service microsonde électronique de la plateforme MAGE : Micro-Analyses et imagerie Géomatériaux et Environnement

(Mise-à-jour le 10/11/2023)

La sonde électronique est un appareillage de très haute précision mais néanmoins complexe. Dans le but d'accroître les performances, l'efficacité, minimiser les pertes de temps, et faciliter l'accessibilité du service de sonde électronique, certaines dispositions simples ont été mises en place. Le mode de fonctionnement peut paraître contraignant en prime abord, mais est indispensable pour assurer la validité des résultats et travailler sereinement. Ce mode de fonctionnement est le résultat d'une expérience de plus de 30 ans dans la direction d'un service de microanalyse. Le protocole doit être respecté le plus fidèlement possible. La marche à suivre pour une étude par sonde électronique peut être résumée ainsi:

- 1) étude de faisabilité,
- 2) préparation des échantillons,
- 3) analyse des structures et repérage par microscopie optique,
- 4) mesure sur la sonde électronique,
- 5) interprétation des résultats bruts.

Les chercheurs font les expérimentations et leur présence est obligatoire. De plus les chercheurs qui le désirent peuvent recevoir différents niveaux de formation en fonction de leurs besoins.

### **1 Etude de faisabilité :**

Il est demandé à tous les utilisateurs de nous communiquer les grandes lignes de la série de mesures envisagées. Cette description, à remplir sur le formulaire (en Annexe B) doit être compréhensible par des personnes non initiées et en précisant le type de mesures envisagées (quantitatif, qualitatif, imagerie) ainsi que les éléments à mesurer; un ordre de grandeur de leurs concentrations; la dimension minimum des phases; échantillons massifs ou des couches minces (la configuration de l'appareillage, le choix des conditions expérimentales et la qualité des mesures seront fortement dépendantes des informations fournies).

### **2 Préparation des échantillons :**

Il est nécessaire de respecter les conditions suivantes de préparations d'échantillons afin d'avoir des échantillons uniformes et de bonnes qualités. Le premier critère de qualité sur les résultats est la préparation de l'échantillon (90% des incertitudes sur les résultats proviennent de l'état de surface de l'échantillon). Le service n'étant pas équipé pour les préparations d'échantillons, cette opération est à la charge des utilisateurs. Néanmoins, pour les préparations vous pouvez contacter *l'atelier de Lithopréparation de GM* (tél : 04 67 14 38 72 ; mail : Christophe.Nevado@umontpellier.fr )

Les surfaces doivent être planes, **polies optiquement (0.1 micromètre)** et parfaitement propres. D'autre part, pour diminuer le temps de mise en place des échantillons, il est

fortement conseillé de mettre préalablement les échantillons sous vide.

Pour les matériaux non conducteurs, une métallisation avec une couche de carbone ( $200 \pm 20 \text{ \AA}$  d'épaisseur) est effectuée par le service en prestation complémentaire (la qualité de la couche déposée est dépendante de la propreté des surfaces).

Dans le but d'avoir une efficacité maximale et minimiser les pertes de temps, il est demandé aux utilisateurs de respecter la procédure mise en place pour la préparation des échantillons.

Il est important de noter que les problèmes liés à la préparation des échantillons et à leur contamination sont une des sources majeures d'incertitude de l'analyse par sonde électronique. La procédure mise en place permet de minimiser ces incertitudes et d'avoir des échantillons préparés avec les critères requis pour l'analyse par sonde électronique (dimension, matériaux, état de surface) et de plus permet de mieux planifier l'utilisation de la sonde.

Vérifiez bien le format de vos échantillons et leurs tolérances (en mm): lames minces longueur 45 (+0.5 ; -1), largeur 30, épaisseur 1.5 (+-0.25). Blocs ou sections polies cylindrique à bord droit de diamètre 25 (+0.5,-1) ; profondeur 5 min 20 max.

Les échantillons devront parvenir au service au minimum **2 jours avant le passage sur l'instrument**. Si les échantillons ne répondent pas aux critères demandés (format, qualité de surface etc..) nous vous proposerons une autre date afin que vous puissiez résoudre le problème.

## **Format et repérage en annexe A**

### **3 Etude préliminaire :**

Il est nécessaire de faire une étude optique préliminaire et poussée de son échantillon [lumière réfléchi (sections polies et lames mince) et transmise (lames minces)]. Cette étude permet outre l'étude structurale des échantillons, de choisir dans un premier temps les échantillons les mieux adaptés au problème et de disposer du positionnement [millimétrique (absolu) et micrométrique (en relatif)] des zones à analyser.

Il est vivement conseillé de fournir les photos optiques, avec repérage millimétrique (transmise et réfléchi) aux grossissements G\*50 et G\*200 des zones à analyser.

### **4 Tarification:**

Les conditions tarifaires sont accessibles via le lien suivant : Cf. document « tarification.pdf »

Pour éviter tout excès, et pour suivre la réglementation de sécurité et les horaires du personnel du service, le lancement en mode automatique se fera impérativement une heure avant la fermeture du service et le traitement des données se fera également dans la période de réservation et d'ouverture du service.

Aucune opération ne pourra se faire sans bon de commande. Un devis et une procédure comptable vous seront envoyés par notre service comptabilité. Il est donc important de fournir les coordonnées précises de votre laboratoire dans la feuille de **demande de passage sur microsonde électronique** (Cf. document : « demande\_analyse\_epma.docx »), et surtout de bien préciser les éléments à analyser.

Pour les utilisateurs internes à Géosciences Montpellier, il est impératif de remplir une demande de devis sur LOLA : <http://emeraude.gm.univ-montp2.fr/lola/>

Le bon de commande est un engagement réciproque de votre part à respecter le planning et les modalités d'utilisation de l'appareillage et de notre part à vous fournir un appareillage adapté à vos besoins.

## **5 Planning :**

Les rendez-vous doivent être pris avec les responsables de la sonde ([gm-microsonde@umontpellier.fr](mailto:gm-microsonde@umontpellier.fr)) suivant le planning. La problématique d'analyse doit être décrite avec précision très clairement avant chaque séance. (Qualitatif, quantitatif, éléments analysés, etc...). Le planning définitif sera fixé lorsque le bon de commande sera parvenu au service. Pour les utilisateurs de Géosciences Montpellier, vous pouvez réserver sur le site de réservation :

<http://emeraude.gm.univ-montp2.fr/glp/front/helpdesk.resa.php?show=resa&ID=24>

## **6 Horaires :**

Le service est ouvert **de 9h à 17h** et pour le bon fonctionnement du service nous demandons de respecter ces horaires. Ces horaires incluent la mise en place des échantillons, les étalonnages (hors base de données), et le traitement des données.

## **7 Publication :**

Toute publication incluant des données originales issues de mesures effectuées sur la sonde électronique devront nommément mentionner l'instrument, à savoir "Service Microsonde, Plateforme MAGE (Géosciences Montpellier)". Les références des publications, thèses, DEA et communications à des congrès utilisant les données obtenues avec la Sonde Electronique devront être fournis au service.

Les conditions expérimentales et les références aux méthodes développées dans le service et utilisées lors des expérimentations doivent être citées. A titre d'exemple :

*“Major element compositions of minerals were determined in thin sections by EPMA on a CAMECA SX- 100 instrument equipped with five wavelength-dispersive X-ray spectrometers (WDS) at Service Microsonde, Plateforme MAGE (Géosciences Montpellier). The analyses were done with 15 kV accelerating voltage, a focused beam of 20 nA and counting times of 20–30 s. Natural minerals, synthetic oxides and pure metals are used as standards.”*

Cet exemple devra être adapté aux types d'analyses effectuées.

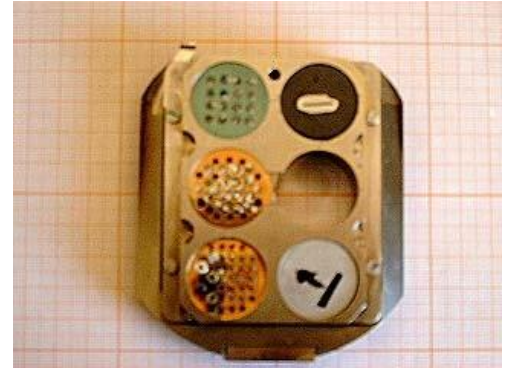
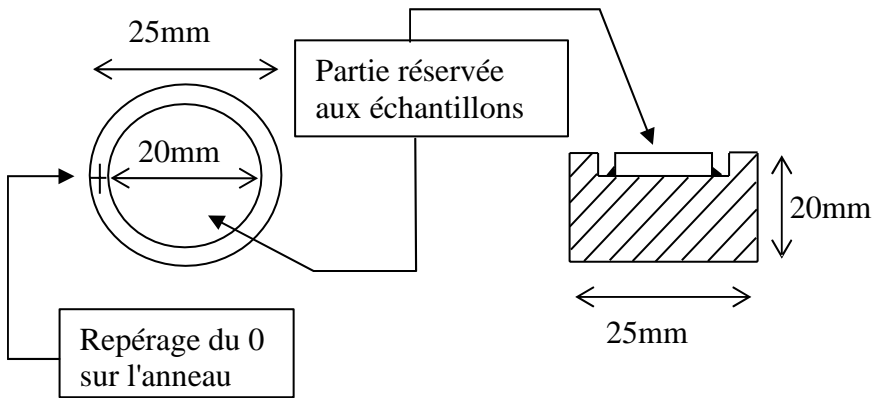
## **8 Utilisateurs :**

Pour les étudiants de M1 et M2, la présence d'un encadrant est obligatoire pendant la séance.

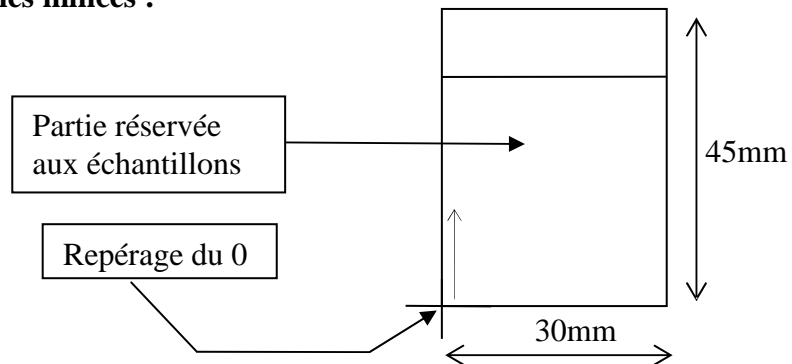
Toutes ces dispositions ont pour but de faciliter l'accès à l'appareillage à tous, de travailler dans une certaine sérénité, et surtout d'obtenir des résultats de qualités.

## ANNEXE A

### Forme du porte échantillon :



### Cas des lames minces :



### Repérage

Afin de déterminer le sens d'orientation de l'échantillon et précisément les points de mesure lors de l'analyse, il faut marquer:

- une flèche sur le bord gauche au bas de la lame, légèrement décalée du bord ( $y=1$  mm et  $x=1$  mm)

- une croix sur le bord gauche sur le diamètre du cercle, légèrement décalée du bord

Faire des photos de l'échantillon et calculer les coordonnées (en micron) des points de mesure à partir du point O.

## Repérage sur support de lames minces :

Etant données X' et Y' coordonnées obtenues à partir du microscope, les nouvelles coordonnées transposées à la sonde électronique seront calculées à partir des corrections suivantes :

