

La préparation d'échantillons de roche pour l'analyse EBSD

par Christophe NEVADO - christophe.nevado@umontpellier.fr

Responsable du Service Commun de Litholamellage de GEOSCIENCES MONTPELLIER- CNRS-
Université Montpellier Pl. Eugène Bataillon, 34095 Montpellier cedex 5

Les problèmes de charge électrique dus à la faible conductivité électrique des minéraux de roches et à l'hétérogénéité des échantillons de roches ne pouvant pas être résolus par un dépôt de matière conductrice, nous ont amené à développer une technique de polissage de grande qualité.

1- L'imprégnation: Préparation commune pour les lames ou sections polies de tous types de roches

Cette étape est fondamentale dans la préparation d'échantillons de roche pour un polissage de haute qualité, car elle permet d'assurer la cohésion inter granulaire et de palier aux variations de "dureté" entre les différentes phases minérales qui composent l'échantillon.

On travaille avec des blocs de roche de 45x30x10 mm appelés talon. Une fois le talon taillé et séché le mettre dans un moule. Placer l'ensemble dans un stand d'imprégnation sous vide pendant 24 heures environ (utiliser une pompe à vide bi-étagée afin d'avoir un bon vide primaire). Sans casser le vide, injecter la résine AR 2020 (équivalent « STRUERS Epoxypack 301 », « BROT XW396/XW397 ») légèrement diluée avec de l'acétone à 1 % et laisser sous vide encore 24 heures. Enlever le surplus de résine à la scie et dresser les échantillons soit sur une rôdeuse/rectifieuse avec poudre abrasive de carbure de silicium grain 600 ou sur touret pour un dressage manuel dont la finition se fera à la poudre abrasive de carbure de silicium grain 1000. Pour des échantillons poreux de type grès ou calcaire coquillé le rodage se fera en manuel sous eau en utilisant des grilles abrasives diamantées de 75 μ , 40 μ et 20 μ (PRESI).

2 - Préparation de lames minces :

Mettre le talon sur plaque chauffante à une température de 50° pendant un minimum de 12 heures. Malgré la basse température, on peut souvent constater une déformation de la résine à la fin de cette étape; pour rattraper cette légère déformation, il est préconisé de reprendre à sec l'échantillon sur papier abrasif 1200. Coller, avec la résine AR 2020 sans acétone, le talon sur un porte-objet dépoli en ayant pris soin d'y avoir noté, au stylo à encre de Chine ou au crayon à papier, l'identification de l'échantillon. Laisser sécher environ 12 heures.

Après arasement et rectification à une épaisseur d'environ 120 μ , procéder à une nouvelle induration sous vide pendant 12 heures. Pour cela, étaler la résine à l'aide d'une spatule sur toute la

surface de la lame. Ensuite procédez à la mise à l'épaisseur souhaitée, 35-40 μ , sur râpeuse/rectifieuse (poudre abrasive de carbure de silicium grain 600) et finition manuelle sur plaque de verre (poudre abrasive de carbure de silicium grain 1200, quartz jaune pâle).

3- Polissage (commun aux sections et lames)

Ce protocole (voir Tableau 1) est applicable sur la grande majorité des matériaux à traiter (roches, silicium,.....). Selon les matériaux, le temps de polissage est modulable et le choix des draps de polissage est important.

ATTENTION:

- aux matériaux tendre, de type serpentine, les laisser plus épais avant le polissage.
- Les temps de polissage sont donnés à **titre indicatif** et peuvent diminuer si les draps de polissage sont neufs et si le matériau est tendre.
- Les draps de polissage doivent être **changés régulièrement**, tous les 10 ou 15 échantillons, afin de maintenir une très bonne qualité de polissage.
- Pensez à chanfreiner les bords des lames ou sections afin d'éviter d'abimer les draps de polissage par les arêtes franches des portes objets.

Tableau I

ETAPES	ABRASIF	SUPPORT	PRESSION TOTALE	VITESSE DE ROTATION	TEMPS DE POLISSAGE	NETTOYAGE	CONTROLE
1	Diamant polycristallin 9 μ Pâte + Suspension	RAM II (PRESI)	600g	100 t/mn	40mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
2	Diamant polycristallin 6 μ Pâte + Suspension	RAM (PRESI)	400g	100 t/mn	50mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
3	Diamant mono cristallin 3 μ Pâte + Suspension	4x4 (LAMPLAN)	340g	100 t/mn	45mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
4	Diamant mono cristallin 1 μ Pâte + Suspension	VERDUTEX (BUHELER)	300g	80 t/mn	45mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
5	Diamant mono cristallin 1/4 μ Pâte + Suspension	DP DAC (STRUERS)	240g	60 t/mn	45mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
6*	Silice colloïdale 0.04 μ (SFI de LOGITECH).	LDR1 Embossé (PRESI)	240g	60 t/mn	5-10mn	Savon liquide, rinçage à l'eau	Microscope métallographique
7						Ethanol et séchage au sèche cheveux	Microscope métallographique

* Etape 6 : ramenez à un Ph neutre avec de l'eau oxygénée (5ml de SFI et 8ml de H₂O₂). ATTENTION, pour les roches qui ont des inclusions métalliques, ne pas utiliser de l'eau oxygénée (H₂ O₂).