

Règles de fonctionnement des prestations Microsonde électronique de la plateforme MAGE : Micro-Analyses et imagerie Géomatériaux et Environnement

(Mise-à-jour le 12/11/2025)

La microsonde électronique est un équipement de très haute précision, mais néanmoins complexe. Dans le but d'accroître les performances, l'efficacité, de minimiser les pertes de temps, et de faciliter l'accessibilité à la plateforme MAGE équipée de la microsonde électronique, certaines dispositions simples ont été mises en place. Le mode de fonctionnement peut paraître contraignant de prime abord, mais il 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 des directions successives de cette plateforme de microanalyse. Le protocole doit être respecté le plus fidèlement possible. La marche à suivre pour une étude par microsonde électronique peut être résumée ainsi :

- 1) étude de faisabilité,
- 2) préparation des échantillons,
- 3) analyse préalable des structures et repérage par microscopie optique,
- 4) analyses par microsonde électronique,
- 5) interprétation des résultats bruts.

Les utilisateurs font les expérimentations et leur présence est obligatoire (sauf dans le cas d'une prestation exceptionnelle). De plus, les utilisateurs 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 d'analyses envisagées. Cette description, à remplir sur le formulaire (Cf. document : « demande_analyse_epma.docx ») doit être compréhensible par des personnes non initiées et elle doit préciser le type de mesures envisagées (quantitatif, qualitatif, imagerie) ainsi que les éléments à mesurer, un ordre de grandeur de leurs concentrations, les dimensions minimales des phases, des échantillons massifs ou des couches minces (la configuration de l'équipement, le choix des conditions expérimentales et la qualité des analyses seront fortement dépendantes des informations fournies).

2 Préparation des échantillons :

Il est nécessaire de respecter les conditions suivantes de préparations d'échantillons afin d'obtenir des échantillons uniformes et de bonne qualité. Le premier critère de qualité des résultats est la préparation de l'échantillon (90% des incertitudes sur les résultats proviennent de l'état de surface de l'échantillon). La plateforme n'étant pas équipée 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 : +33(0)4 67 14 38 72 ; adresse mail : Christophe.Nevado@umontpellier.fr)

Les surfaces doivent être planes, **polies optiquement (0.1 micromètre)** et parfaitement propres. **Pour la délimitation des zones d'intérêt, il est nécessaire de le faire : pour les lames minces sur la face opposée à celle prévue pour l'analyse, et pour les plots si des**

délimitations sont tracées en surface elles ne doivent pas représenter des cercles fermés (car ces marques circulaires empêchent la diffusion des électrons, et par conséquent empêchent l'analyse de cette zone). 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 suffisamment conducteurs, une métallisation de la surface avec une couche de carbone ($200 \pm 20 \text{ \AA}$ d'épaisseur) est effectuée par la plateforme (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 l'une des sources majeures d'incertitude de l'analyse par microsonde électronique. La procédure mise en place permet de minimiser ces incertitudes et d'obtenir des échantillons préparés avec les critères requis pour l'analyse par microsonde électronique (dimension, matériaux, état de surface). Et de plus, elle permet de mieux planifier l'utilisation de la microsonde.

Vérifiez bien le format de vos échantillons et leurs tolérances (en millimètres): lames minces longueur 45 à 48 (+/-0.05), largeur 28 à 30 (+/-0.05), épaisseur 1.5 (+- 0.5). Blocs ou sections polies cylindriques à bord droit de diamètre **25,5** (+/-0.05) **soit supérieur à un pouce** ; profondeur (environ 1 minimum, et 5 maximum pour l'utilisation avec la lumière transmise sinon 10 maximum).

Les échantillons devront parvenir à la plateforme au minimum **2 jours avant l'analyse prévue 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.

3 Etude préliminaire :

Il est nécessaire de faire une étude optique préliminaire et poussée de son échantillon [lumière réfléchi (sections polies et lames minces), et lumière 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 (relatif)] des zones à analyser.

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

4 Tarification :

Les conditions tarifaires sont accessibles via le lien suivant : Cf. document « tarifs-MAGE-decision-UM-2023 ».

Pour éviter tout excès, et pour suivre la réglementation de sécurité et les horaires du personnel de la plateforme, le lancement en mode automatique se fera impérativement 30 minutes avant la fermeture de la plateforme, et le traitement des données se fera également dans la période de réservation et d'ouverture de la plateforme.

Aucune opération ne pourra se faire sans bon de commande. Un devis et une procédure comptable vous seront envoyés par notre service gestion. Il est donc important de fournir les coordonnées précises de votre laboratoire ou entreprise et vos coordonnées de contact dans la feuille de **demande d'analyse par microsonde électronique** (Cf. document : « demande_analyse_epma.docx »), et surtout de bien préciser les éléments à analyser et les conditions d'analyse.

Pour les utilisateurs internes à Géosciences Montpellier, il est impératif de remplir une demande de devis préalable 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'équipement, et de notre part à vous fournir un équipement et un service adaptés à vos besoins.

5 **Planning** :

Les rendez-vous doivent être pris avec les responsables de la microsonde (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, conditions d'analyse, etc.). Le planning définitif sera fixé lorsque le bon de commande sera parvenu à la plateforme. Pour les utilisateurs de Géosciences Montpellier, vous pouvez réserver sur le site de réservation GLPI : <http://emeraude.gm.univ-montp2.fr/glpi/>

6 **Horaires** :

La plateforme est ouverte **de 9h à 17h**, et pour le bon fonctionnement de la plateforme, nous vous demandons de respecter ces horaires. Ces horaires incluent la mise en place des échantillons, les étalonnages supplémentaires (hors base de données), et le traitement des données.

7 **Publications** :

Toute publication incluant des données originales issues de mesures effectuées sur notre microsonde électronique devront nommément mentionner l'instrument, à savoir :

- ou, en anglais : « **MAGE platform, Geosciences Montpellier, Univ Montpellier** (ou Université de Montpellier ou University of Montpellier), **CNRS, Montpellier, France** ».
- en français : « **Plateforme MAGE, Géosciences Montpellier, Univ Montpellier** (ou Université de Montpellier, ou University of Montpellier), **CNRS, Montpellier, France** ».

Les références des publications, thèses, DEA et communications à des congrès utilisant les données obtenues avec la Microsonde Electronique devront être fournis à la plateforme MAGE.

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

*“Major and trace element compositions of minerals were determined in thin sections by EPMA on a JEOL instrument equipped with five wavelength-dispersive X-ray spectrometers (WDS) at **MAGE platform, Geosciences Montpellier (Univ Montpellier, CNRS, France)**. 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'équipement pour tous, de travailler dans une meilleure sérénité, et surtout d'obtenir des résultats de qualité.