

REPUBLICQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

2/04

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
DEPARTEMENT : GENIE MINIER
MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

Présenté à
l'Ecole Nationale Polytechnique



En vue de l'obtention du diplôme
d'Ingénieur d'Etat en Génie Minier

THEME

**Initiation à la microscopie électronique et photonique par l'étude
d'échantillons et de photographies
de la série phosphatée du djebel Onk.**

Proposé et Dirigé par :

Mme S.CHABOU-MOSTEFAI

Etudié par :

MOUSSAI Mohamed

Année universitaire 2003/2004



Dédicaces

A mes très chers parents et surtout ma mère qui a toujours été là pour moi, et qui m'a donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance.

J'espère qu'ils trouveront dans ce travail toute ma reconnaissance et tout mon amour.

A mes frères et ma soeur

A mes meilleurs amis.

Je dédie ce mémoire

Moussai Mohamed Abdellah

Remerciements

*Je remercie Dieu tout-puissant de m'avoir donné le courage et la force
pour réaliser ce projet*

*J'adresse mes remerciements les plus sincères à tous nos professeurs du
primaire à l'université pour avoir accompli leur noble tâche.*

Je remercie:

- *Mon encadreur Mme CHABOU-MOSTEFAI de m'avoir confié l'étude
de ce projet fort intéressant et de m'avoir dirigé, orienté et prodigué ses
précieus conseils.*

- *les Membres du jury d'examen pour l'intérêt qu'ils ont manifesté pour
mon travail*

- *Mes vifs remerciements et ma gratitude vont aux nombreuses personnes
qui m'ont aidé à réaliser ce projet , en prenant de leur temps et de leur
énergie et en me faisant profiter de leur expérience et de leurs
connaissances.*

الهدف من هذه الدراسة إيجاد مختلف الفلزات باستعمال صور لفلزات وشرائح رقيقة لأجزاء العينات مؤخودة من منطقة جبل العنق. هذه الملاحظات تبينت على الأجهزة التالية المجهر الضوئي المجهر الإلكتروني الماسح المجهر الإلكتروني المحول وهذا لفهم الأسس والأهداف من هذه الدراسة. الملاحظات على MEB لعينات الفوسفات الأكتونية بينت المراحل التالية - فلور اباتيت مع الكلور و السوفر - سيليس على شكل أوبال - سيليس على شكل كوارتز أوتيجان- سميكتيت على شكل شرائح - كلينوبتيلوليت- فلدسبات بوتاسيك كالكو سوديك- اثار الجيبس . بالنسبة للنشأة؛ المراحل هي كالتالي من القديمة الى الجديدة - فوسفات ثم أوبال ثم فلدسبات- أرجيل ثم أوبال - أوبال ثم أرجيل - أوبال و كالسيدوان.
المفاتيح مرحلة الفلز - MET - MEB- ميكروسكوب- فوسفات- الوكتون- اوتوكتون- اوتيجان- كرونولوجي

RESUME:

L'objet de cette étude est la détermination des différentes phases minérales à l'aide de photographies d'échantillons et de lames minces de fragments d'échantillons provenant de la région du djebel Onk. Ces observations se font sur du matériel obtenu en microscopie photonique (optique), en microscopie électronique à balayage et en microscopie électronique à transmission dont il s'agira de comprendre les principes et les buts. L'observation au MEB des échantillons de phosphates autochtones a montré les phases décrites antérieurement à savoir :-une fluor apatite chlorée et soufrée- la silice sous forme d'opale - la silice sous forme de quartz authigène -des smectites en lattes- la clinoptilolite -les feldspaths potassiques, calco - sodiques et sodiques - du gypse très rare dans le liant. Concernant la néoformation, la chronologie semble la suivante pour les différentes phases concernées on a du plus vieux au plus récent :phosphate puis opale puis feldspath ;argile puis opale ; opale puis argile ; opale et calcédoine

Mots clé : phase minérale, MEB, MET, microscope , phosphate, allochtones, autochtones, authigène ,chronologie.

ABSTRACT :

The purpose of this study is the determination of different mineral phases with the use of samples photographs and slender blade of samples fragments took from the region of Djebel Onk. These observations are done on the following instruments : - photonic microscopy (optic)- electronic microscopy with balayage- electronic microscopy with transmission . The observation of the MEB of autochtones phosphates samples show the following phases: -A fluor apatite chloré and soufré- the silice under the forme of authigene quartz- late with smectites- the clinoptilolite- potassic pildespaths- sodic and calco sodic fildespaths- of gypse which is very rare in the liant. As concerns with the growth, the chronology may be the following for differentes phases concerned, we have the oldest formation on to the new one: - phosphate, opale and after feldspete- argile and after opale- opale and after argile - opale and calcedoine.

Key words: mineral phases, MEB, MET, microscope, phosphate, allochton, autochton, authigene, chronology.

SOMMAIRE

	Page
INTRODUCTION GENERALE	1
<i>Partie I Présentation des microscopes</i>	
Chapitre 1 - LE MICROSCOPE OPTIQUE	2
Chapitre 2 -LE MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE	6
Chapitre 3- LE MICROSCOPE ELECTRONIQUE A TRANSMISSION.....	13
Conclusion - COMPARAISON DES TROIS TYPES DE MICROSCOPES ...	21
<i>Partie II Observation des échantillons et des diapositives en microscopie photonique et des images du MEB, MET,</i>	
Chapitre 4 - PRESENTATION DE LA REGION ETUDIEE ET BUT DE L' ETUDE	23
Chapitre 5 - LES DIFFERENTES PHASES MINERALES DE LA SERIE DU DJBEL ONK.....	30
Chapitre 6- OBSERVATION DES ECHANTILLONS AU MEB ET EN MICROSCOPIE OPTIQUE	34
Chapitre 7- OBSERVATION EN RETRODIFFUSION , CATHODO- LUMINESCENCE ET AU MET ;.....	43
CONCLUSION GENERALE	49
BIBLIOGRAPHIE	
TABLE DES MATIERES	
ANNEXES	

Liste des figures

	<u>Pages</u>
Figure 1 : Les transformations de la lumière dans le microscope et le minéral.....	3
Figure2 : Le microscope polarisant.....	4
Figure3 : Schéma du trajet des rayons lumineux dans un microscope à réflexion (métallographique).....	6
Figure4 : Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon.....	9
Figure5 : Représentation schématique d'un microscope électronique à balayage équipé d'un système de microanalyse de rayons X.....	11
Figure6 : Schéma d'un microscope électronique à transmission.....	15
Figure7 : Formation de l'image.....	17
Figure8 : Schéma d'un microscope électronique à transmission.....	20
Figure9 : Localisation du Djebel Onk.....	24
Figure10 : Les principales unités géologiques d'Afrique du Nord (d'après CAIRE ,1967 in CHABOU-MOSTEFAI ,1987).....	25
Figure11 : Coupe transversale du Djebel Onk (in CHABOU-MOSTEFAI, 1987, d'après DUSSERT, modifié, 1924).....	25
Figure12 : Coupe stratigraphique schématique du Djebel Onk (in CHABOU-MOSTEFAI, 1998, d'après RANCHIN, 1963).....	26
Figure13 : Localisation des coupes levées au Djebel Onk (Ain Fouris, Kef El –Ouah, Djebel Tarfaya et Ras El-ain) et des principaux secteurs structuraux.....	28
Figure14 : La formation Chouabine : différenciation pétrographique des phosphates autochtones et allochtones.....	29

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

TABLE DES MATIERES.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE.....	1
----------------------------	---

Partie I Présentation des microscopes

Chapitre 1 - LE MICROSCOPE OPTIQUE.....	2
--	----------

1-Introduction.....	2
2-Le microscope polarisant.....	2
2-1-Principe.....	2
2-2-Formation de l'image.....	3
2-3-Equipement.....	3
2-4-Préparation de l'échantillon.....	4
3-Le microscope métallographique.....	5
3-1-Principe.....	5

Chapitre 2 -LE MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE.....	6
---	----------

1-Introduction.....	6
2-Principe.....	6
2-1-Interactions du faisceau électronique avec l'échantillon.....	6
3-Equipement.....	8
4-Préparation des échantillons.....	10
5-Formation de l'image.....	10
6-Microanalyseur à sonde électrique.....	10
6-1-Principe.....	11
6-2- Eléments analysables.....	11
6-3- Analyse quantitative.....	11
6-4- Formation des images.....	11
7-Exemple.....	12
8-Conclusion.....	12

Chapitre 3-LE MICROSCOPE ELECTRONIQUE A TRANSMISSION.....	13
--	-----------

1-Introduction.....	13
2-Principe.....	13
3-Interaction Electron – Matière.....	14
4-Formation de l'image.....	15
5-Analyse Chimique.....	17
5-1- Microanalyse par spectrométrie de rayons X.....	17
5-1-1- Spectrométrie à dispersion d'énergie EDS.....	17
5-2- Microanalyse par spectroscopie de pertes d'énergie d'électrons transmis EELS.....	17
5-2-1- Spectre de pertes d'énergies des électrons transmis.....	17
5-2-2- Analyse quantitative.....	18
6-Equipement.....	18

7-Préparation des échantillons.....	19
7-1- Méthode de préparation.....	19
7-1-A)-Support de la préparation	19
7-1-B)-Préparation de l'échantillon.....	20
8-Résumée et conclusion	20
Conclusion -COMPARAISON DES TROIS TYPES DE MICROSCOPES.....	21
1-Entre le Microscope Optique et le Microscope Electronique.....	21
2-Comparaison des types de Microscopes Electroniques.....	21
3-Conclusion	22
 Partie II Observation des échantillons et des diapositives en microscopie photonique et des images du MEB et du MET.	
Chapitre 4 - PRESENTATION DE LA REGION ETUDIEE ET BUT DE L'ETUDE.....	23
1- Introduction.....	23
2- Situation géographique	23
3-Données géologiques et structurales.....	23
4-Lithostratigraphie	26
Chapitre 5 - LES DIFFERENTES PHASES MINERALES DE LA SERIE DU DJEBEL ONK.....	30
-Description Des Eléments Existants.....	30
1- Les minéraux	30
2- Les fossiles.....	32
3- Autres	33
Chapitre 6- OBSERVATION DES ECHANTILLONS AU MEB ET AU MICROSCOPE OPTIQUE.....	34
1-Observation des échantillons au MEB.....	34
1-1-Observation de photographies relatives à un niveau phosphaté remanié (allochtone).....	34
1-1-1-Echantillon 277(du djebel Djemidjema) couche principale	34
1-1-2-Conclusion.....	34
1- 2- Observation de photographies relatives à un niveau phosphaté formé sur place (autochtone).....	35
1- 2-1- Echantillon 68 dans les alternances (apatite de Chouabine)....	35
1-2-2- Echantillon 64 prélevé dans les alternances (apatites de Chouabine).....	37
1-2-3-Conclusion.....	39
<i>Planches photographiques au MEB (de I à XVI)</i>	

2-Observation des échantillons au microscope optique.....	40
<i>Planches photographiques au microscope optique (de I à II)</i>	
3-Comparaison entre les deux observations.....	42

**Chapitre 7- OBSERVATION EN RETRODIFFUSION ET EN
CATHODO-LUMINESCENCE.....43**

1-Retrodiffusion	43
2-Cathodo luminescence	43
3-Observation au MET.....	44
3-1-Calcul de la formule structurale.....	44
3-1-1-Formule structurale de la sméctite.....	44
3-1-2-Formule structurale de l'apatite.....	46
4-Carte de répartition des phases minérales.....	47
5-Conclusion.....	48
<i>Planches photographiques en rétro diffusion et cathodoluminescence (de I à II)</i>	

CONCLUSION GENERALE.....	49
--------------------------	----

LISTE DES FIGURES

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXES

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION GENERALE.

L'objet de cette étude est la détermination des différentes phases minérales à l'aide de photographies d'échantillons et de lames minces de fragments d'échantillons provenant de la région du djebel Onk.

Ces observations se font sur du matériel obtenu en microscopie photonique (optique), en microscopie électronique à balayage et en microscopie électronique à transmission dont il s'agira de comprendre les principes et les buts.

Ce mémoire est composé de deux parties et d'une conclusion générale.

La première partie, composée de trois chapitres et une conclusion, présente l'aspect bibliographique de ce travail :

- Le chapitre 1 est consacré à la description du microscope optique ;
- Le chapitre 2 est consacré à la description du microscope électronique à balayage et son mode d'utilisation ;
- Le chapitre 3 est consacré à la description du microscope à transmission et son mode d'utilisation ;
- La conclusion présente une comparaison entre ces instruments, leurs avantages et inconvénients.

La deuxième partie, composée de quatre chapitres et une conclusion, présente l'aspect pratique de ce mémoire.

- Le chapitre 4 concerne la présentation de la région étudiée et les résultats attendus de cette étude ;
- Le chapitre 5 concerne les différentes phases minéralogiques de la série du djebel Onk à la lumière des observations faites en microscopie électronique et photoniques et la bibliographie.
- Le chapitre 6 concerne l'étude du matériel sous forme de photographie de MEB , de diagrammes de microanalyse au MEB , et d'observation de diapositives et de lames minces au microscope photonique ;
- Le chapitre 7 concerne l'observation en rétro diffusion , en cathodoluminescence et au MET avec calcul de formules structurales ;

La conclusion générale fait le point sur les observations des photographies au MEB et de l'étude des lames minces et diapositives.

Partie I

Présentation des microscopes.

CHAPITRE 1

Le microscope optique.

1-INTRODUCTION :

Le but de l'examen microscopique d'une roche naturelle est la détermination précise des minéraux le constituant et de sa structure, c'est-à-dire de la manière dont ces éléments y sont associés.

L'observation d'objets de très petites dimensions, faite à l'aide de microscope optique, dont le principe est basé sur la transmission des rayons lumineux et leur déviation par des lentilles.

Il y a plusieurs types de microscopes optiques, parmi eux on distingue :

- le microscope polarisant utilisé pour l'observation des échantillons transparents.
 - le microscope métallographique utilisé pour l'observation des échantillons opaques.
- (A.FOUCAULT, 1984)

2- LE MICROSCOPE POLARISANT :

Le premier microscope polarisant fut utilisé par TALBOT en 1834, mais c'est SORBY en 1845 qui montra comment on pouvait réaliser des sections très minces des objets examinés.

2-1- PRINCIPE :

La lumière naturelle, celle qui nous baigne au cours de la journée, comme celle qui est émise par une lampe de microscope, vibre au cours de sa propagation de façon aléatoire dans toutes les directions perpendiculaires à celle-ci. Si cette lumière est réfléchiée par une surface polie ou si elle traverse des « polariseurs » elle est dite polarisée (figure 1).

(M.LOCQUIN ,1978)

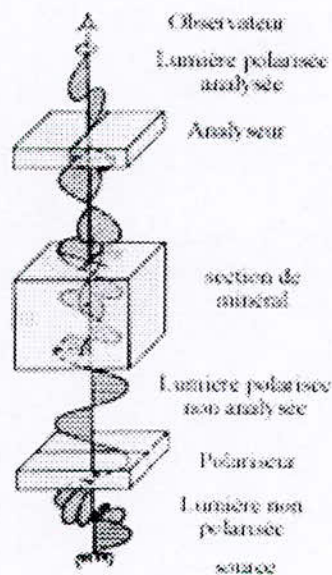


Figure 1 : Les transformations de la lumière dans le microscope et le minéral

2-2-FORMATION DE L'IMAGE :

Lorsque la lumière est réfléchiée dans des échantillons transparents, selon une vitesse constante qui est caractérisée par l'indice de réfraction, il va se produire différents phénomènes optiques (l'extinction, la teinte, la direction du clivage, les macles..).

Pour interpréter ces phénomènes optiques, on s'appuie sur la connaissance des définitions et lois fondamentales de la cristallographie et de l'optique cristalline.

L'observation des minéraux est faite en lumière polarisée non analysée (LPNA) ou lumière naturelle – lumière polarisée analysée (LPA) et lumière convergente.

Le grossissement pratique ne dépassant pas 100. Cette limite est imposée par la diffraction de la lumière très rapprochée. (M.ROUBAULT, 1963 - Internet)

2-3- EQUIPEMENT :

Le microscope polarisant est composé par (figure 2) :

- **Polariseur** : placé entre la source lumineuse et la préparation ; il peut tourner dans une bague de façon à être orienté à volonté.
- **Analyseur** : est situé entre l'objectif et l'oculaire ; il peut être instantanément mis en place ou enlevé par un dispositif à glissière, qui le ramène toujours dans la même orientation.
- **L'oculaire** : renferme un réticule à deux fils croisés ; réglé de telle façon que l'un de ces fils soit situé dans le plan de symétrie ou de polarisation de l'analyseur ,et l'autre perpendiculaire .
- **La platine tournante** : qui porte les préparations, est mobile autour de l'axe optique du microscope et une graduation appropriée permet de mesurer exactement, les angles de rotation de cette platine.
- **Condenseur** : utilisé pour les examens à un fort grossissement, pour ceux en lumière convergente et pour certaines évaluations d'indice (liseré de Becke) ; il est amovible à très court foyer, peut être facilement mis en place par un mouvement de bascule au dessus du condenseur à long foyer.
- **Les lames auxiliaires** : sont interposées sur le trajet des rayons lumineux entre l'objectif et le nicol analyseur , dans un espace vide ménagé à cet effet ou dans une glissière recevant les lames auxiliaires à frottement doux. (M.ROUBAULT, 1963)

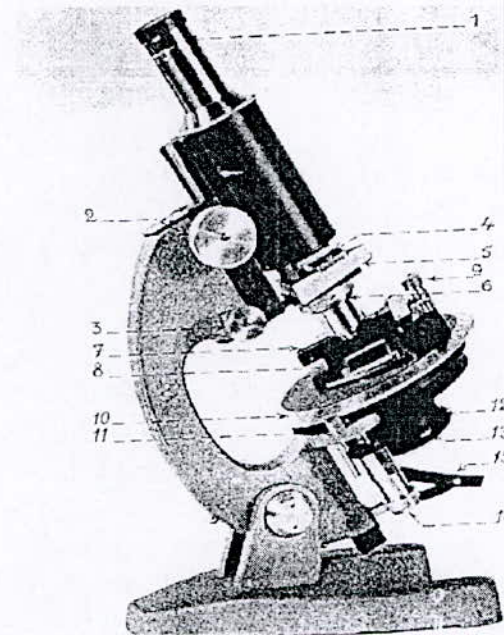


Figure 2 : le microscope polarisant

Légende :

- | | |
|--|---|
| 1- oculaire | 9-commande du mouvement du chariot mobile |
| 2-bouton de commande de mise au point | 10-platine tournante |
| 3-vis micrométrique | 11-repère fixe |
| 4-analyseur | 12-emplacement du polariseur |
| 5-monteur à glissière de l'objectif | 13-condenseur |
| 6-objectif interchangeable | 14-bouton de commande du système polariseur- condenseur |
| 7-chariot mobile | 15-miroir |
| 8-lame mince en position d'observation | |

2-4-PREPARATION DE L'ECHANTILLON :

2-4-1-Montage :

Il y a plusieurs méthodes de montage : a) montage dans la diéthylaniline - b) montage dans le baume de Canada.

2-4-2-Plaques minces :

Pour obtenir une épaisseur de lame convenable (2 ou 0.003 mm), on ajoute quelques grains de quartz dans un coin de la lame (il est préférable d'effectuer les inclusions dans une résine si on veut obtenir une épaisseur convenable).

-Inclusions dans une résine : la méthode consiste à couler une faible épaisseur de résine dans un moule de petite dimension (de la taille de verre de lame mince).

2-4-3-Section polies :

Une fois le plastique durci, on démoule la préparation, on grave son numéro d'identification, on rectifie ses bords et régularise sa base de façon qu'elle soit parallèle à la surface où se situent les minéraux.

L'opération de polissage commence par une phase de pré polissage sur une plaque de verre.

Les sections sont nettoyées après chacune des phases de leur confection dans un bac rempli d'alcool éthylique. (A.PARFENOFF ,1970)

3- LE MICROSCOPE METALLOGRAPHIQUE :

Le microscope métallographique d'observation en réflexion est conçu pour l'étude de la surface d'échantillons opaques, tels les métaux.

3-1-PRINCIPE :

Ce type d'appareil d'observation , qui est également équipé d'un polariseur et d'un analyseur , diffère essentiellement d'un microscope polarisant par son système d'éclairage .(figure 3)

La lumière, émise par la source de l'illuminateur, est déviée par un miroir et passe à travers l'objectif du microscope ; elle se réfléchit sur la section polie de l'échantillon, repasse à travers l'objectif et se transmet, à travers le tube oculaire, vers l'œil de l'examineur.

(A.PARFENOFF ,1970 - Internet)

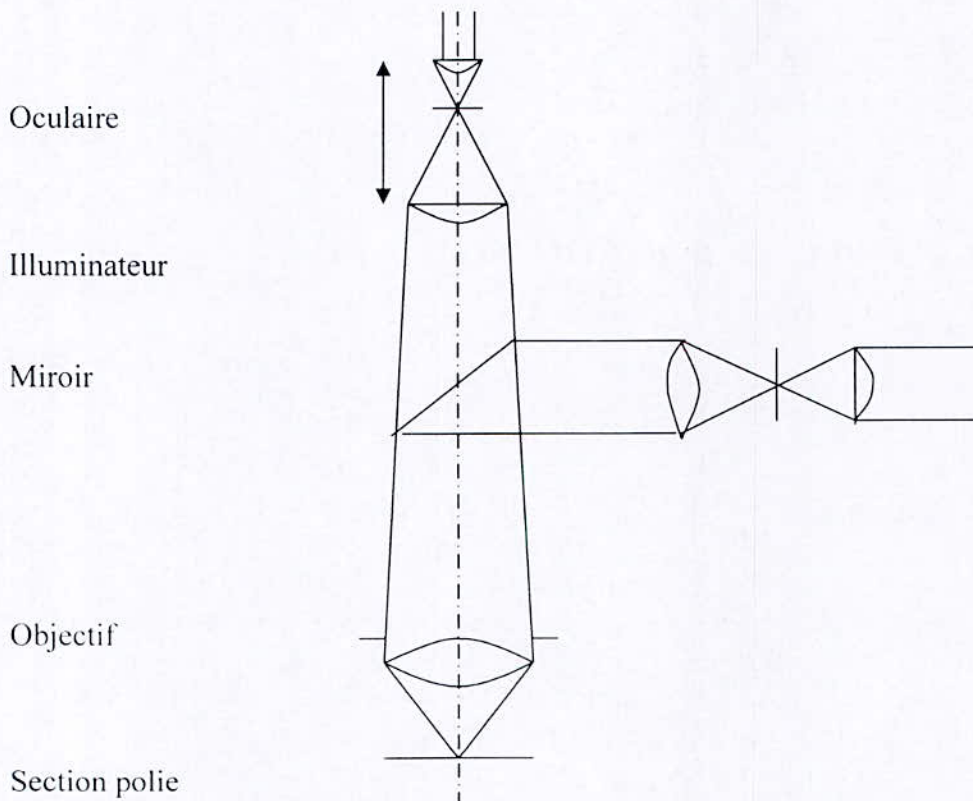


Figure 3 : schéma du trajet des rayons lumineux dans un microscope à réflexion (métallographique)

CHAPITRE 2

Le microscope électronique à balayage

1 - INTRODUCTION

Le microscope électronique à balayage (MEB) est un appareil d'analyses, pouvant fournir rapidement des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un objet solide.

Sa grande commodité d'utilisation, sa souplesse pour visualiser des champs d'extension très variables sur des échantillons massifs, l'étendue de sa profondeur de champ font du MEB un outil indispensable dans l'exploration du monde microscopique.

Son utilisation est courante en biologie, chimie, médecine, géologie, métallurgie ainsi qu'en mécanique. Les premiers appareils ont été mis au point dans les années 40 mais les premiers appareils commerciaux ont été disponibles vers le milieu des années 60. (Internet)

2-PRINCIPE :

Le principe du balayage, consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives, et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident.

Le microscope à balayage utilise un faisceau très fin d'environ 20 nm de diamètre qui balaie point par point la surface de l'échantillon sur une aire carrée de côté compris entre 20mm et 0.5µm selon le grossissement ; ce dernier peut varier entre 10 et 500000 (résolution courante 2nm), avec une profondeur de champ de 500µm au grossissement 100 et de 30µm au grossissement 2000, ce qui permet d'observer des reliefs importants. (Technique de l'ingénieur)

2-1-Interactions du faisceau électronique avec l'échantillon :

Lorsqu'un faisceau d'électron tombe dans le vide, sur un objet, les particules incidentes peuvent être soit absorbées, soit transmises, soit modifiées en fréquence de façons diverses. ((M.LOCQUIN ,1978))

La figure (4) illustre l'ensemble des radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon.

Emission des électrons rétro diffusés :

Ils sont causés par la collision entre un électron incident et un atome de l'échantillon . Du fait de leur plus grande énergie, les électrons rétro diffusés peuvent provenir d'une profondeur plus importante et la résolution de l'image sera moins bonne qu'en électrons secondaires(6-10nm).

Suivant le type de détecteur utilisé, les électrons rétro diffusés fournissent une image topographique (contraste en fonction du relief) ou une image de composition (contraste en fonction du numéro atomique). (Internet, Technique de l'ingénieur)

Emissions des électrons secondaires :

arrachés à leur orbite par le bombardement incident, de faible énergie (<50 eV).

L'intensité d'émission de ces électrons dépend de la topographie de la surface (effet de pointe, d'arête.) du potentiel local et du numéro atomique. Ces électrons ne proviennent que de la zone superficielle (quelques nanomètres).

Ils permettent de former une image complète et non sélective de tel ou tel constituant. (J.BARRALIS, 1997 - M.LOCQUIN, 1978)

Emission des rayons x et des électrons Auger :

Un électron des couches moyennes est chassé de son niveau pour occuper un niveau plus élevé. Sa désexcitation se fait avec émission soit d'une fluorescence de rayons X, soit d'électrons Auger arrachés à la couche superficielle.

La production des rayons X est dans ce cas plus probable dans le cas d'éléments lourds et celle d'électrons Auger dans le cas contraire. Ces deux types de radiations sont caractéristiques des atomes qui les produisent. (M.LOCQUIN, 1978)

Cathodo- luminescence :

Lorsqu'un faisceau d'électrons d'énergie importants (10 kV à 20 kV) bombarde la surface de certains matériaux, une radiation lumineuse est émise dans le visible et le proche visible, et peut être due au réseau cristallin lui-même (lumière intrinsèque) ou aux impuretés contenues dans ce réseau (lumière extrinsèque), comme (Mn, Cu, et les terres rares)

Elle se caractérise par sa couleur et/ou par l'intensité lumineuse des différentes longueurs d'onde qui la composent (spectre lumineux)

Elle dépend notamment des concentrations en éléments traces et de leur environnement électronique dans le cristal.

Elle permet de distinguer des minéraux dont les propriétés optiques sont très proches mais dont les observations en cathodo luminescence (CL) sont différentes (les carbonates par exemple). (Internet- J_P EBERHART, 1976)

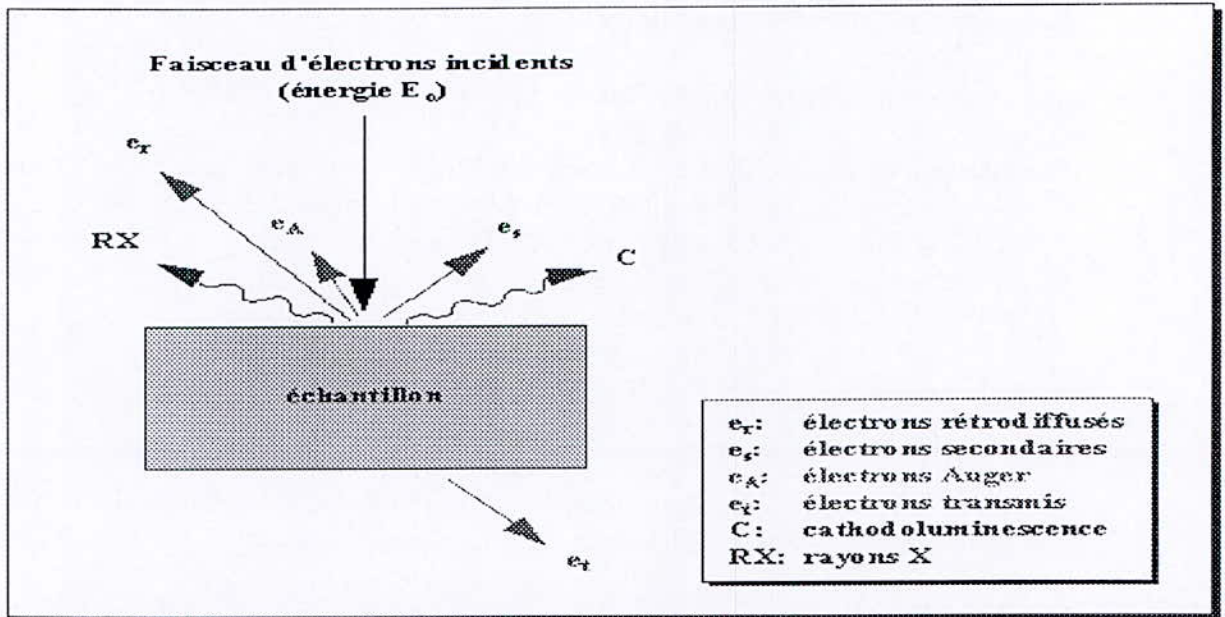


Figure4: Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon.

3-EQUIPEMENT :

Le microscope électronique à balayage comporte (Figure5):

- Colonne

Une **source de rayonnement** : canon à filament de tungstène ou d'hexa borure de lanthane (LaB_6) ; ce filament, parcouru par un courant électrique, émet spontanément des électrons qui sont accélérés par un champ électrique leur conférant une certaine énergie.

Une « **optique** » : diaphragme et lentilles électrostatiques ou magnétiques corrigées des aberrations d'ouverture et chromatiques (réduction du diamètre du faisceau et focalisation sur l'objet).

Un **système de balayage** : bobines défectrices qui commandent le point d'impact des électrons sur l'échantillon.

Une **platine porte-objet** : permet le déplacement selon trois directions, la rotation dans son plan et l'inclinaison (variation de l'angle d'incidence).

Des **détecteurs d'électrons** : reliés à un écran de visualisation et un système de prise de vues photographiques.

- Ensemble électronique

Des **dispositifs d'observation et d'enregistrement** : tubes cathodiques à écran rémanent ou non.

Des sources de tensions continues ou variables

Des **dispositifs de commande** : grandissement, contraste, focalisation, correction d'astigmatisme, vitesse et type de balayage...

- **Système d'analyse et de traitement des données**

Un **programme d'analyse qualitative** : identification des éléments chimiques détectés.

Un **programme d'analyse quantitative** avec ou sans étalon: calcul de concentration

Des **cartes de répartition des éléments** : représentation de la localisation d'éléments par des niveaux de gris ou des couleurs différentes (à chaque couleur un niveau de concentration).

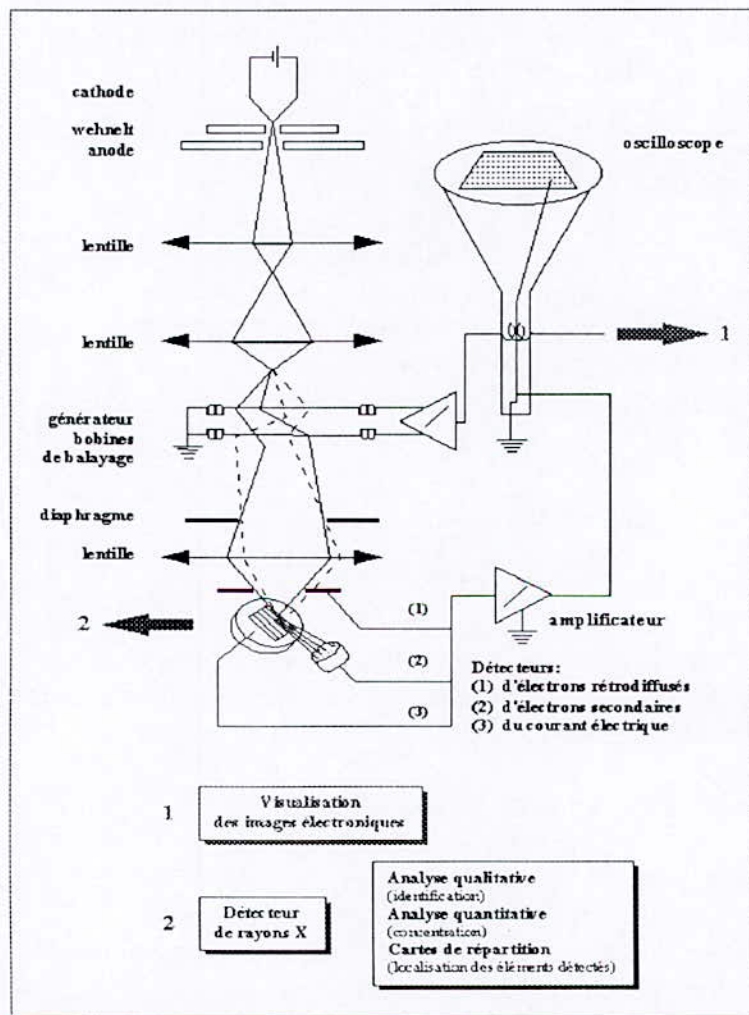


Figure 5 : Représentation schématique d'un microscope électronique à balayage équipé d'un système de microanalyse de rayons X.

4-PREPARATION DES ECHANTILLONS:

a)MONTAGE DES ECHANTILLONS :

Il est fait sur un porte-objet métallique usuellement des plots en cuivre de 8 à 10 nm . Une fois choisis et orientés dans l'espace, à la main ou d'un micro dissecteur , les objets sont collés sur le porte objet à l'aide d'une colle ou d'un scotch double face. (M.LOCQUIN, 1978)

b) METALLISATION DES ECHANTILLONS :

Les échantillons doivent supporter le vide et le bombardement électronique intense . En outre, ils doivent avoir une bonne conductibilité superficielle pour permettre l'écoulement des charges.

Les matériaux non ou mauvais conducteurs, devront être recouverts de dépôts de conducteurs, ne dépassant pas 100Å° d'or, de platine, de cuivre, de germanium, ou d'alliage or -palladium ou or- cuivre. Ce dépôt se fait : directement sur l'objet, ou après un enrobage de carbone. Le pouvoir résolvant théorique après métallisation est de 200Å° à 80Å°. (J.BARRALIS, 1997 -M.LOCQUIN, 1978)

5-FORMATION DE L'IMAGE :

Dans un microscope électronique à balayage, l'image est obtenue séquentiellement point par point en déplaçant le faisceau d'électrons primaires sur la surface de l'échantillon. L'image est alors reconstruite en utilisant le signal par les différents détecteurs pour moduler la brillance d'un tube cathodique.

Le rapport entre le format de l'écran et celui de la zone balayée sur l'échantillon détermine le grandissement.

-Paramètres influant sur la résolution des images

- tension d'accélération des électrons ;
- courant de sonde : plus il est élevé, plus le diamètre du faisceau est grand ;
- distance de travail : c'est la distance entre l'échantillon et la lentille objectif. Plus la distance est courte, plus la résolution est meilleure . La plus grande profondeur de champ est obtenue à une grande distance de travail.

6-MICROANALYSEUR A SONDE ELECTRIQUE :

Le micro analyseur à sonde électrique, plus connue sous le nom de « microsonde de Castaing » du nom de son inventeur, est un appareil d'analyse élémentaire ponctuelle : il permet l'analyse qualitative et quantitative des éléments chimiques présents dans un micro volume dont la dimension est d'environ $1\mu\text{m}^3$.

6-1-Principe :

A la suite de l'optique électronique qui est présentée ci dessus, le micro analyseur à sonde électrique comporte un spectromètre à rayon X destiné à l'analyse de ce rayonnement.

Il existe deux types de spectromètres :

- Les spectromètres à dispersion de longueur d'onde : ils comportent un monochromateur, constitué par un cristal de paramètre convenable, d'après la loi de Bragg, et un détecteur de rayonnement (compteur proportionnel ou scintillateur).
- Les spectromètres à dispersion d'énergie sont constitués d'un détecteur solide ; les impulsions électriques engendrées par les photons X sont séparées par une électronique appropriée suivant leur amplitude c'est --à--dire suivant l'énergie des photons .

6-2-Elements analysables :

Suivant le choix du cristal et de son détecteur, chaque spectromètre pourra couvrir un certain domaine de longueur d'onde, auquel correspondront dans la classification périodique, certaines séries d'éléments.

Les appareils ont été limités pendant longtemps au domaine $0.5-10\text{\AA}$, ce qui permettait l'analyse de tous les éléments de numéro atomique supérieur à 12 . Une extension aux grandes longueurs d'ondes(jusqu'à 100\AA) a repoussé la limite inférieure au numéro 5(bore), avec des sensibilités moins bonnes néanmoins.

6-3-Analyse quantitative :

On compare les intensités d'un même raie, caractéristique d'un élément A, émise soit par l'échantillon, soit par un témoin constitué de A pur. Le rapport de ces deux intensités donne, en première approximation, la concentration massique de l'échantillon au point d'impact de la sonde. L'analyse est donc absolue.

6-4-Formation des images :

L'échantillon est balayé ligne par ligne par la sonde électronique. Le faisceau d'un oscillographe balaye en synchronisme un écran d'observation , sa brillance est modulée par l'intensité X reçue par le spectrographe ; elle est donc , en chaque point , proportionnelle à la concentration de l'élément chimique correspondant (pour la longueur d'onde duquel a été réglé le spectrographe). On observe donc une image de la surface de l'échantillon ; cette image montre la répartition de l'élément choisi. Chaque élément présent pourra ainsi donner une image. La comparaison de la série d'images ainsi obtenues sur une même plage, fournit de précieuses informations sur les diverses phases ou les hétérogénéités présentes. (J.BENARD, 1984)

7-EXEMPLE :

Les échantillons étudiés dans ce mémoire, sont examinés par le MEB à Tours avec un MEB ZEISS DSM 982 GENIMI dont ses caractéristiques sont :

Résolution nominale 1 nm à 20kv et 4 nm à 1kv, imagerie en électrons secondaires, en électrons rétro diffusés, en courant induit .Il est équipé d'un ensemble permettant de mesurer l'orientation cristallographique (EBSP). Il est équipé d'un système de microanalyse X à sélection d'énergie avec détecteur extrême sur station voyager (4) de noran permettant des analyses semi-quantitatives. Grandissement utile 50 à 400 000.(site web: <http://www.esmp.fr>)

8-CONCLUSION :

Le microscope électronique à balayage équipé d'un système de microanalyse de rayons X consiste, grâce à la détection des électrons secondaires et rétro diffusés, de former un contraste en fonction du relief (image topographique) ou un contraste en fonction du numéro atomique (image de composition). Il peut déterminer aussi le système cristallin des minéraux identifiés.

L'appareil peut également fonctionner en transmission. Dans ce mode il est souvent désigné par le sigle anglais STEM (scanning transmission electron microscope). Ceci explique que les électrons transmis, après absorption partielle par l'objet, servent à former une image par transmission.

La microanalyse de rayons X consiste à faire une analyse qualitative, c'est-à-dire, une analyse chimique ponctuelle, qui permet de déterminer l'absence ou la présence d'un élément chimique.

Il peut faire aussi une analyse quantitative, qui consiste à déterminer, la composition chimique de l'échantillon ainsi qu'il peut former une image à rayons X de l'échantillon pour montrer la répartition de l'élément choisi. (J.BENARD, 1984 - A.PARFENOFF ,1970 -Technique de l'ingénieur)

CHAPITRE 3

Le microscope électronique à
transmission.

Chapitre 3 - MICROSCOPE ELECTRONIQUE A TRANSMISSION**1- INTRODUCTION :**

Le MET c'est le prolongement encore plus loin vers l'infiniment petit, du microscope photonique par transmission.

Il est le seul instrument permettant d'obtenir des informations sur la structure minérale à l'échelle de la maille ou même de l'atome, ainsi que sur les défauts cristallins du type dislocation, micro macles etc.

Il est extrêmement utilisé par les spécialistes de la croissance cristalline ou de la déformation des minéraux. (M.LOCQUIN, 1978 - Internet)

2- PRINCIPE :

Avec le MET, on regarde un échantillon très mince (en transparence), en l'éclairant par un faisceau d'électrons qui traverse l'échantillon et frappe un écran fluorescent et donne une image.

Les électrons sont émis par un filament de tungstène O (figure 1) , chauffé par effet joule , et accélérés par une tension électrique habituellement de 100 Kvolts , mais pouvant atteindre 3000 Kvolts . Cette tension est constante de façon à ce que la longueur d'onde associée au faisceau d'électrons ait une valeur bien déterminer (0.005 nm pour 50 kV et 0.0009 nm pour 1000kv). Le faisceau électronique traverse successivement une (ou deux) lentilles L1, qui sert de condenseur, puis la préparation AB (lame mince ou réplique). La lentille objective L2 donne de l'objet une première image A1B1. La lentille intermédiaire L3 forme une nouvelle image A2B2, dont la lentille de projection L4 donne une image A3B3 sur un écran fluorescent E, ou sur un film sensible.

Dans le plan focal de la lentille L2 on observe le diagramme de diffraction de l'objet.

Le principe du microscope électronique est donc fondamentalement le même que celui du microscope optique. (J.BENARD, 1984 -Internet - Technique de l'ingénieur)

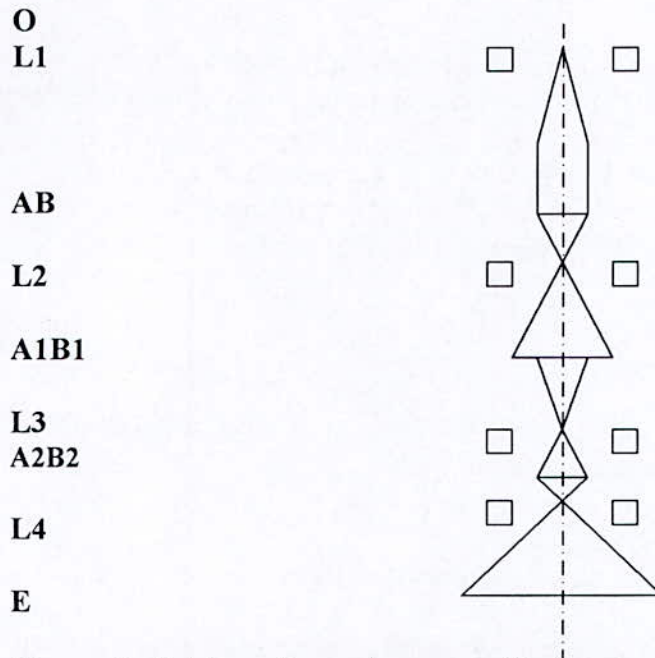


Figure 6 : Schéma d'un microscope électronique à transmission.

3-INTERACTION ELECTRON-MATIERE :

L'électron incident transporte son énergie sous forme d'énergie cinétique, lors d'interaction, l'électron va produire deux phénomènes importantes : 1) chocs élastique -2) chocs inélastique.

1)- choc élastique : lorsque la distance entre la trajectoire électronique incidente au centre de l'atome par rapport au rayon de l'atome est grand.

2)- choc inélastique : lorsque la distance d'interaction est du même ordre de grandeur que le rayon de l'atome concerné. Il y a interaction électron – électron.

Parmi tous les rayonnements produits par ces phénomènes d'interaction, les plus utilisés en microscopie électronique à transmission sont les suivants :

- **Les électrons sont diffusés** élastiquement ou inélastiquement. Ces électrons qui diffusent selon certaines lois dont la loi de diffraction (loi de Bragg).

C'est un phénomène de très grande importance pratique pour l'étude des structures cristallines, et plus généralement, pour l'observation des microstructures des matériaux.

-**Les photons X** : d'énergie pouvant aller jusqu'à 40 eV ; elle est due au phénomènes de chocs inélastique, qui excite la cible (l'atome).

Lors de désexcitation de la cible, il se produit une émission X caractéristique d'elle, et lorsque on analyse cette émission, on peut avoir une information sur la composition chimique du point considéré.

L'analyse de cette émission peut se faire par deux méthodes : -spectrométrie à dispersion de longueur d'onde (WDS) – spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS).

-**Perte d'énergie d'électrons transmis** : due au chocs inélastique, elle est analysée par spectroscopie de pertes d'énergie d'électrons transmis (EELS).
(J.L.MARTIN, 1998 – J.P EBERHART, 1976)

4-FORMATION DE L'IMAGE :

Une image est observable, lorsqu'elle présente un contraste, c'est-à-dire un écart d'intensité entre les différents points de l'image.

Deux effets participent à la formation du contraste :

-effet dû à la préparation (répartition du rayonnement, en intensité et en direction, sur la face de sortie).

-effet dû à l'instrument (formation de l'image de la face de sortie de la préparation), c'est le cas de diaphragme de contraste (objectif).

Les contrastes que l'on peut observer sur un microscope électronique à transmission sont :

-**Contraste d'absorption** : ce contraste se manifeste dans des lames de matériaux amorphes, de polymères et de matériaux biologiques.

L'image présente une différence d'éclairement, c'est donc de la différence entre les densités d'électrons arrivant sur l'écran fluorescent.

L'objet agit sur le faisceau incident en soustrayant une certaine quantité d'électrons aux faisceaux qui concourent à la formation de l'image.

On peut identifier ce type de contraste d'après les caractéristiques suivantes : s'il s'atténue beaucoup lorsqu'on enlève le diaphragme de contraste, et lorsqu'on change la taille de ce diaphragme, les intensités relatives des parties claires et sombres de l'image varient.

-**Contraste de phase** : ce contraste est réalisé par les microscopes à haute résolution.

On voit que l'intensité est forte en des points où il n'y a pas d'atome sur le trajet des électrons, et plus faible en des points où les atomes sont présents.

Ce contraste fournit plusieurs informations, telle que l'arrangement atomique dans les matériaux et la résolution directe du cœur de la dislocation dans des structures métalliques.

-Contraste de diffraction : les électrons sont diffractés par les cristaux, Le faisceau est diffracté en plusieurs petits faisceaux (Figure 7), et ceux-ci se recombinant pour former l'image, grâce à des lentilles magnétiques (électro-aimants) qui dévient les électrons.

En sélectionnant un faisceau diffracté particulier pour former l'image, on obtient un contraste dit en « champ sombre » ; selon l'orientation locale d'un cristal, celui-ci laisse passer les électrons en ligne droite, on a donc un contraste clair, ou bien il dévie les électrons et l'on a un contraste sombre.

Des distorsions du réseau, notamment des défauts, induisent donc également des contrastes. On peut voir les différents grains, les dislocations..

On n'a donc pas simplement une image géographique, il faut interpréter physiquement l'origine des contrastes pour les comprendre. Il se peut aussi que l'on ne voie pas un objet tout simplement parce que l'on n'a pas la bonne orientation.

Au lieu de s'intéresser à l'image formée, on peut s'intéresser à la diffraction des électrons : on se place dans le plan focal du faisceau et non plus dans le plan image, on obtient alors la figure de diffraction.

On peut aussi visualiser les directions dans lesquelles vont les électrons et ainsi caractériser les cristaux (organisation des atomes, orientation). (Internet - J.L. MARTIN, 1998 – J.P EBERHART, 1976)

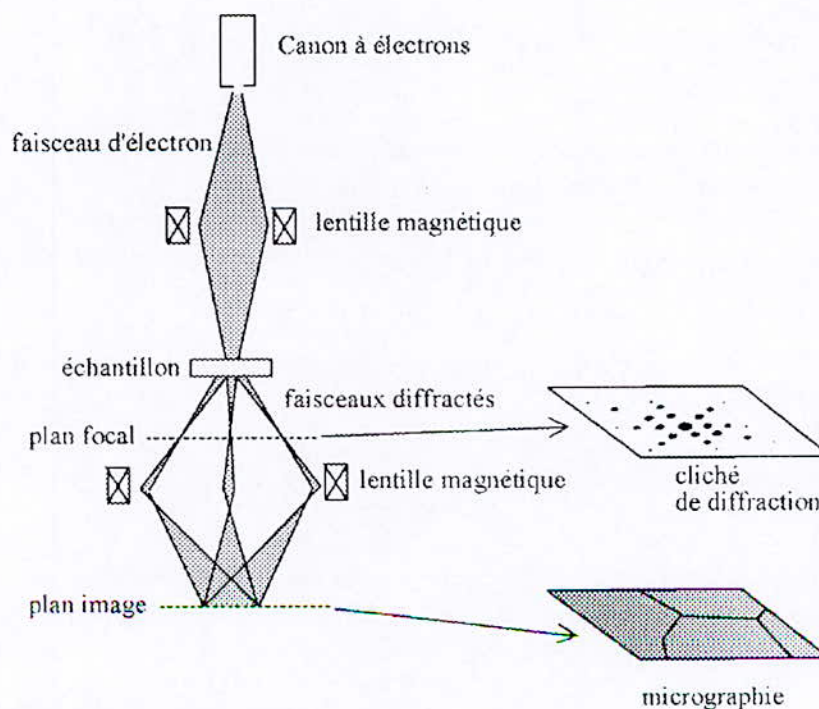


Figure7 : Formation de l'image

Le grossissement total d'un microscope électronique moderne peut atteindre 150000 mais l'image est très peu lumineuse. (M.LOCQUIN, 1978)

5-ANALYSE CHIMIQUE :

Le microscope électronique à transmission permet l'étude de la composition des éléments lourds et légers. Il fait appel à l'analyse de l'émission des rayons X par spectrométrie à sélection en énergie (EDS) et à la perte d'énergie des éléments transmis (EELS).

5-1-Microanalyse par spectrométrie de rayons X : lorsque les électrons de haute énergie frappent un solide, il se produit une émission X caractéristique des éléments présents dans le solide. Dans le MET on analyse cette émission par spectrométrie à dispersion d'énergie (Energy Dispersive Spectrometry = EDS).

5-1-1 -Spectrométrie à dispersion d'énergie EDS : Il s'agit d'enregistrer le spectre $I(E)$ émis par l'échantillon.

On compare ce spectre expérimental à des spectres connus mis en mémoire par un logiciel spécial, dans le but d'identifier les éléments du matériau analysé (analyse qualitative)

La méthode d'analyse quantitative est la même dans le MEB.

Cette émission est bien analysée par le MET en lame mince. L'idée principale est d'améliorer la résolution spatiale de l'analyse par rapport à l'échantillon massif.

On peut diminuer le diamètre de la sonde à une valeur de 1 nm environ.

Le MET utilise seulement la méthode quantitative.

Le détecteur EDS est insensible aux photons X d'éléments légers.

5-2 -Microanalyse par spectroscopie de pertes d'énergie d'électrons transmis EELS :

La perte d'énergie est due au choc inélastique des électrons incidents sur les atomes de la cible. L'avantage principal de cette méthode est que tous les éléments produisent un spectre de pertes d'énergie exploitable, notamment les éléments légers tels l'hélium, l'hydrogène, le lithium que l'on ne peut analyser par spectrométrie de photons X ou pas très facilement.

5-2-1-Spectre de pertes d'énergies des électrons transmis : le spectre divisé en trois parties distinctes :

-Perte d'énergie nulle : on trouve un pic d'intensité qui correspond aux électrons transmis qui n'ont pas subi d'interaction dans l'échantillon.

-Pic de plasmon : pour $\Delta E < 50$ eV, elle présente les métaux et les alliages.

Ces pics peuvent donner des informations sur l'épaisseur de la lame.

-Zone des raies caractéristiques ($\Delta E > 50$ eV) : le spectre montre un fond continu décroissant fortement appelées arêtes. Elle correspondent à un seuil d'excitation de niveau atomique, dont la valeur permet d'identifier l'atome.

Pour obtenir le spectre de pertes d'énergie, on travaille en sonde fixe. On pratique l'analyse qualitative en examinant le spectre pour des pertes d'énergie supérieur à 50 eV.

On note les énergies des diverses arêtes présentes entre 100 et 2000 eV et on les compare aux énergies d'ionisation des divers éléments, qui sont connues.

5-2-2-Analyse quantitative : Le principe de l'analyse quantitative est que le signal caractéristique d'une arête dépend du nombre d'atome de l'élément correspondant, donc de la composition. On peut connaître le nombre absolu d'atomes d'éléments légers présents en comparant le signal caractéristique de l'arête considérée à celui du pic de non -diffusion. Enfin pour avoir la concentration, il faut connaître l'épaisseur de la lame, que l'on peut mesurer à l'aide des pics de plasmon.

Donc les deux méthodes sont complémentaires ; la spectrométrie de pertes d'énergie est irremplaçable pour l'analyse d'éléments légers et que la microanalyse X prend la relève pour les éléments moyens ou lourds.

6-EQUIPEMENT :

La disposition générale est (figure 8) :

1- la colonne : porte successivement :

- **Canon à électrons :** est au sommet de la colonne .Il assure la production des électrons, leur accélération et leur concentration en un fin pinceau légèrement divergent.

- **Condenseur :** Il assure le double rôle de concentrer le faisceau issu du canon sur une très petite surface de l'objet et de permettre un réglage continu de l'éclairement de l'objet.

Il est constitué par un ensemble de deux lentilles magnétiques pouvant être mises en service soit simultanément, soit indépendamment.

-**Chambre d'objet :** La préparation est disposée sur une petite grille métallique à pas très fin dont le diamètre a été normalisé à 3mm pour tous les microscopes.

-**Objectif :** C'est une lentille de court foyer, qui sert à former la première image de l'objet agrandie une cinquantaine de fois.

-**Chambre et lentille intermédiaire :** Le système projecteur comporte deux lentilles.

-**Projecteur :** Le projecteur est une lentille très convergente, qui agrandit de nouveau l'image précédente à sa dimension définitive.

-**Chambre d'observation et chambre photographique :** L'image finale est formée sur un écran fluorescent E qui devient lumineux sous l'impact des électrons.

2-Divers accessoires : Sont en général incorporés : un stigmatiseur permettant de corriger les défauts de stigmatisme de l'objectif, un porte objet à 4 degrés de liberté,

un système de pompage maintient un vide élevé dans la colonne, un sas permet l'introduction de l'objet sans rupture du vide dans la colonne. (S.PIERRE, 1963 - M.LOCQUIN, 1978)

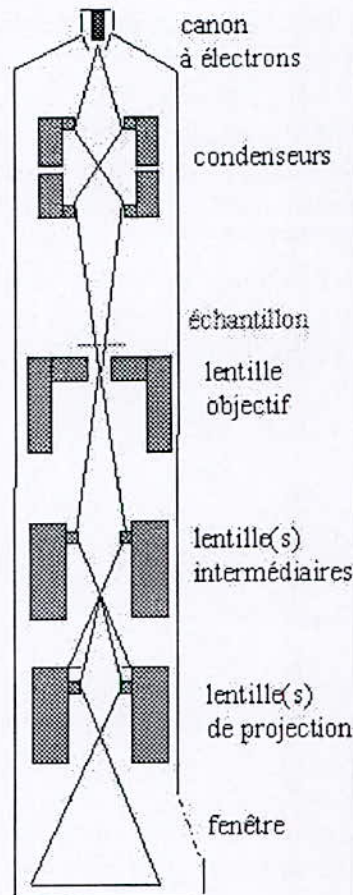


Figure 8 : Schéma d'un microscope électronique à transmission

7-PREPARATION DES ECHANTILLONS :

7-1-Méthode de préparation :

Pour l'examen en microscopie à la diffraction électronique, la préparation doit se présenter nécessairement sous forme de lame très mince, de quelque 100\AA seulement d'épaisseur. D'autre part, il faut un support pour amener et maintenir la préparation dans le plan objet de l'appareil. Examinons successivement ces deux points : le support et l'échantillon lui-même.

7-1-A)-Support de la préparation : Il doit satisfaire à trois conditions : être transparent aux électrons, supporter le bombardement du faisceau et ne pas introduire de perturbation dans l'image ou le diagramme de diffraction. On utilise de fines membranes amorphes, constitués d'éléments légers (carbone ou matière plastique).

7-1-B)-Préparation de l'échantillon : Les méthodes de préparation d'échantillon minces varient avec la nature des matériaux et le but à atteindre. On peut distinguer :

-**Broyage :** le broyage peut être suivi de mise en suspension dans un liquide avec dispersion éventuelle aux ultrasons, puis séparation de la fraction de taille moyenne déterminée ; une goutte de la suspension finale est déposée sur la membrane porte-objet et séchée ; cette méthode utilisée pour des minéraux faciles à broyer, par exemple les argiles.

-**Coupe par ultra microtome :** appliquée en minéralogie à des particules de faibles dimensions et pas trop dures, dont on désire étudier des coupes minces suivant certaines directions ; c'est le cas des minéraux lamellaires ou fibreux.

-**Amincissement d'un matériau massif :** s'effectue en deux étapes :

- Amincissement préliminaire : il commence par le découpage où existe le clivage. Par abrasion et polissage mécanique, on arrive à quelques dizaines de microns
- Amincissement final : par bombardement ionique ou dissolution chimique et électrolytique.

-**Préparation directe de lames minces :** Des matériaux qui ne se décomposent pas à leur température d'évaporation peuvent être obtenues directement sous forme de couches très minces par évaporation dans le vide, la couche obtenue est généralement microcristalline ou amorphe. (J.P EBERHART, 1976)

8-RESUME ET CONCLUSIONS :

La microscopie électronique à transmission est caractérisée par :

- les électrons sont accélérés par une tension électrique de 100KV à 3MV
- le grossissement total peut atteindre 150000
- la limite de résolution peut atteindre 0.2nm à 200 au 300KV.Elle approche de 0.1nm dans quelques microscopes à 1MV.

Le MET et ses techniques associées constituent aujourd'hui une méthode d'investigation directe de la microstructure jusqu'à l'échelle atomique .Elle permettent de recueillir des informations à caractère :

-Morphologique : présence d'hétérogénéités ou d'inclusions, existence de domaines (transitions amorphe/cristallin...)ce qui est identifié par les différents contrastes.

-Cristallographique : identification de la structure cristalline (réseau de Bravais, paramètres de la maille ...), observation et identification de défauts cristallins (dislocation, maillage...) par le diagramme de diffraction.

-Chimique : analyse élémentaire quantitative, par spectrométrie dispersive en énergie des rayons X de fluorescence (EDS), et par spectrométrie des pertes d'énergie des électrons transmis (EELS). (J.L.MARTIN, 1998 – J.P EBERHART, 1976, Internet)

CONCLUSION

Comparaison des trois types de
microscopes.

Conclusion - COMPARAISON DES TROIS TYPES DE MICROSCOPES

1-Entre le Microscope Optique et le Microscope Electronique :

La structure du microscope électronique par transmission, est semblable à celle du microscope optique : illuminateur, objectif, lentille de projection, détecteur d'image.

Le microscope optique (photonique), ne descend guère dans la pratique au dessous de 0.2 μ m, alors que le microscope électronique permet de descendre à presque mille fois, en dessous de cette limite, leur inconvénient du point de vue biologique, est la nécessité de travailler dans un vide poussé sur des objets d'une grande minceur (quelque angstrœm).

Les meilleurs microscopes optiques ne peuvent dépasser un grossissement pratique de 1000, cette limite est imposée par la diffraction de la lumière.

Le microscope électronique peut atteindre un grossissement pratique de 80000 à 100000, leur inconvénient est : coûteux, complexe, d'un maniement difficile dont la maîtrise n'est pas à la portée de tous les laboratoires.

On aura avantage, pour l'observation de surfaces accidentées à un grandissement de 100, à prendre un microscope à balayage plutôt qu'un microscope optique, la profondeur de champ étant 500 fois plus grande.

La microscopie électronique a, en 50 ans, apporté plus pour la science que deux siècles de microscopie optique. (J.P EBERHART, 1976- Internet - technique de l'ingénieur- M.LOCQUIN, 1978).

2-Comparaison des types de Microscopes Electroniques :-

Le microscope à transmission (MET) produit toute l'image instantanément, alors que dans le microscope à balayage (MEB) l'image est constituée point par point en un temps qui dépend de la fréquence de balayage.

Le microscope à transmission reste le meilleur en ce qui concerne la limite de résolution point à point. Elle est actuellement comprise entre 0.1 et 0.2nm. Ce paramètre est moins bon dans le microscope à balayage à cause du volume d'interaction faisceau -échantillon. Dans la lame mince du microscope à balayage ce volume d'interaction est tronqué, si bien que la résolution n'est meilleure que dans le simple balayage.

C'est le microscope à transmission qui donne les informations cristallographiques les plus fines sur l'échantillon grâce aux diagrammes de diffraction.

C'est le MEB qui est le plus répandu dans les laboratoires industriels et universitaires ; il est d'emploi relativement facile pour l'observation de surfaces (grandissement variant sur une large plage, grande profondeur de champ, préparation d'échantillon facile, mise en œuvre aisée de la microanalyse X pour les éléments courants).

Le MET est d'un emploi plus complexe (préparation de la lame mince, choix précis de la zone à observer, interprétation des images, mise en œuvre de techniques variées de microanalyse) et est de ce fait peu utilisé dans les laboratoires universitaires ; il est le plus souvent précédé d'une observation au MEB couplé d'une microanalyse afin d'effectuer les repérages nécessaires. (J.L.MARTIN, 1998)

3-Conclusion :

Les trois types de microscopes sont utilisés tous les trois pour compléter les informations quand il s'agit d'étudier une roche, ses composants et les différentes phases minérales qui la constituent. Ce sont très souvent des raisons financières qui limitent l'utilisation du MEB et du MET.

Partie II

Observation des échantillons et des diapositives en microscopie photonique et des images du MEB et du MET .

Chapitre 4

Présentation de la région étudiée.

INTRODUCTION

Une fois les microscopes présentés nous allons passer à la partie pratique à savoir l'observation des photographies d'échantillons au MEB et plus précisément de ce qu'elles contiennent : les différents minéraux de la série phosphatée du djebel Onk.

Mais avant, la présentation de la région du djebel Onk s'impose avec les caractéristiques litho-stratigraphiques, la description de la minéralogie à partir de 59 photos de MEB, des diapositives de lames minces(7) et quelques observations de lames minces au microscope optique permettront ensuite de préciser la morphologie et la chronologie des phases minérales décrites dans les travaux de CHABOU-MOSTEFAI, 1987,1998.

Quelques essais en cathodo- luminescence sur les mêmes lames au MEB et sur d'autres lames effectuées lors des stages de 2001 et 2002 de Mme CHABOU-MOSTEFAI permettront de faire le point sur cette méthode concernant le matériel du djebel Onk.

Chapitre 4 - PRESENTATION DE LA REGION ETUDIEE

1-Introduction : Les phosphates de la région du Djebel Onk font partie d'une succession d'assises sédimentaires, développées dans l'Est et le Sud-est constantinois (Algérie), Elle présente une série tertiaire au passage entre le Paléocène et l'Eocène inférieur.

2- Situation géographique :

La région du Djebel Onk est située à 80km au Sud-Ouest de Tébessa, sur la route qui relie Tébessa à El-Oued.

Elle constitue la limite géographique naturelle entre les Hauts Plateaux du Constantinois et le domaine Saharien (fig 2). Le Djebel Onk est, lui même un massif montagneux calcaire, long d'une vingtaine de kilomètres et culminant à 1198m au Djebel Tarfaya (fig3)

3-Données géologiques et structurales :

Le massif du Djebel Onk (figure3), est un anticlinal asymétrique (DUSSERT ,1924 in CHABOU-MOSTEFAI, 1987), en genou, orienté N80°.

A 750m environ au Sud du Djebel Onk, apparaît un second anticlinal : le Djebel Djemidjema dont la structure est analogue à celle du Djebel Onk mais dont les dimensions sont plus modestes.

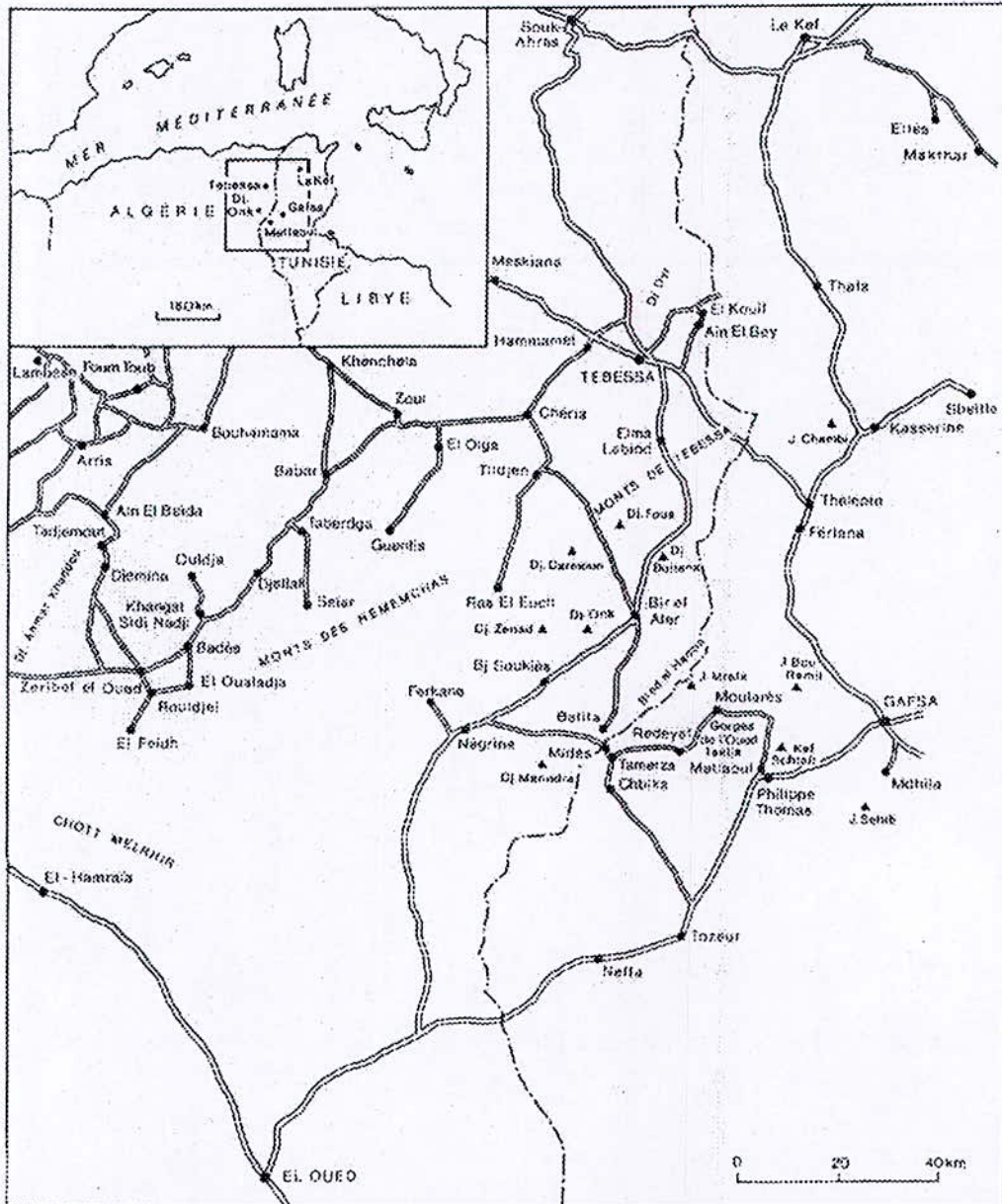


Figure 1 : Localisation du Djebel Onk

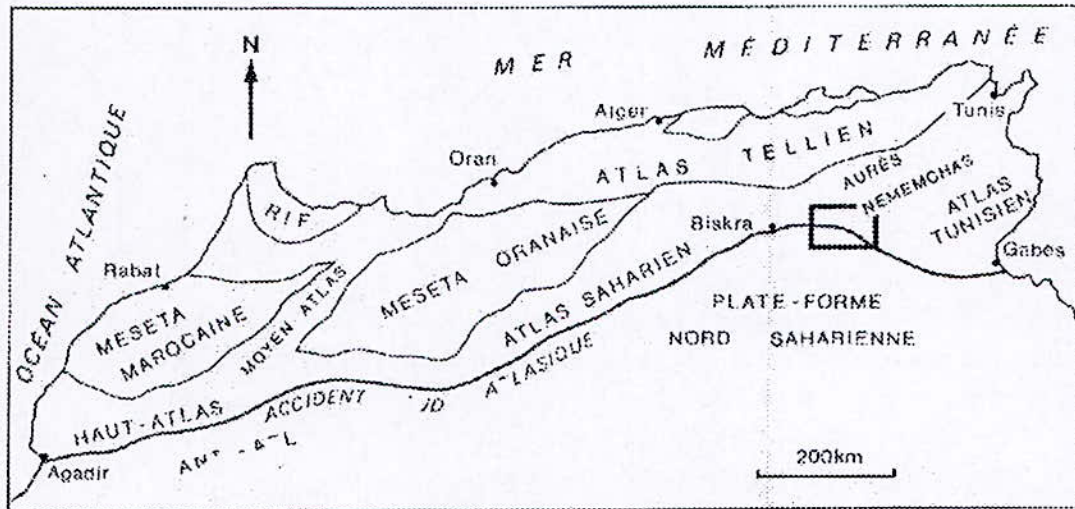


Figure 2 : Les principales unités géologiques d'Afrique du Nord (d'après CAIRE, 1967 in CHABOU-MOSTEFAI, 1987)

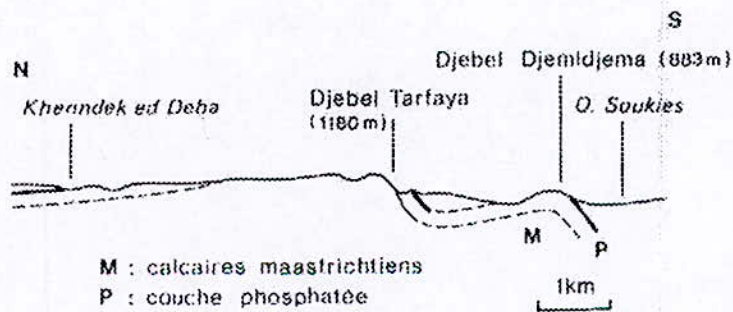


Figure 3 : Coupe transversale du Djebel Onk (in CHABOU-MOSTEFAI, 1987, d'après DUSSERT, modifié, 1924)

L'ossature du Djebel Onk est constituée par les calcaires du Maastrichien. Ces calcaires sont surmontés par une série argilo- carbonatée et phosphatée d'âge danien à lutétien inférieur. Elle est couronnée par des calcaires ou des marnes à gypse et des argiles détritiques du Lutétien supérieur.

Des intercalations phosphatées sont présentes dans le Danien, le Thanétien et l'Yprésien. « L'ensemble est recouvert en discordance par des sables miocènes. La discordance correspond à la phase de plissement atlasique éocène moyen- éocène supérieur, majeure dans les Aurès- Nememchas .Les grès miocènes et leur substratum ont ensuite été repris dans une deuxième phase de plissement post- burdigalienne dont le paroxysme est situé entre le pliocène et le Quaternaire ».

4-Lithostratigraphie : (fig4)

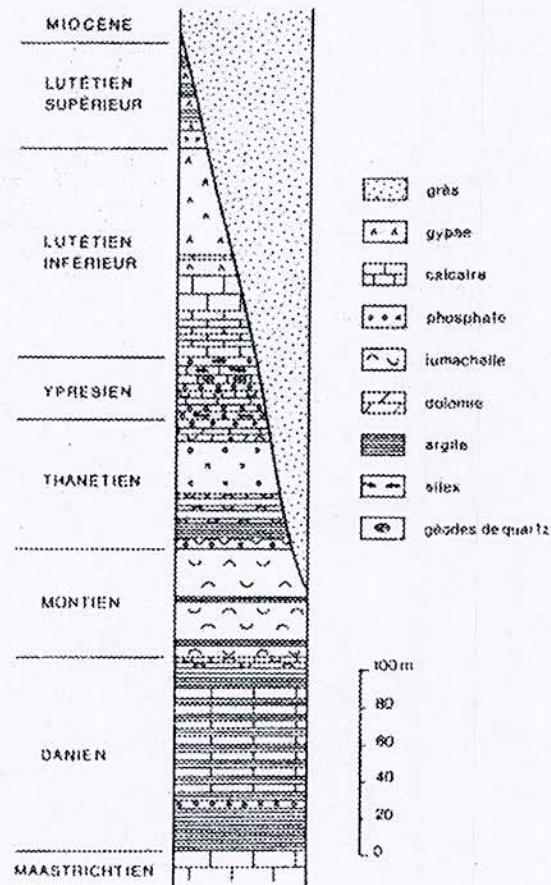


Figure 4 : Coupe stratigraphique schématique du Djebel Onk (in CHABOU-MOSTEFAI, 1998, d'après RANCHIN, 1963)

L'étude de la série du Djebel Onk a permis de mettre en évidence une succession de cinq formations lithologiques distinctes dont l'âge et les caractères paléogéographiques ont pu être précisés (CHABOU MOSTEFAI S. 1987). Ce sont de la base au sommet :

-La formation EL HARIA : argileuse, d'âge maastrichtien supérieur – paléocène inférieur (Danien).

-La formation TSELJA : carbonatée, d'âge paléocène supérieur (Montien à Thanétien)

-La formation CHOUABINE : phosphatée, d'âge paléocène – éocène inférieur (Thanétien supérieur à Yprésien basal)

-La formation METLAOUI : carbonatée et siliceuse, d'âge éocène inférieur (Yprésien à Lutétien inférieur)

et la formation SOUAR gypseuse, d'âge lutétien inférieur.

Des études pétrographiques et géochimiques (CHABOU –MOSTEFAI, 1987,1998) sur la région de Djebel Onk ont conduit à distinguer dans la formation Chouabine d'âge thanétien-yprésien, deux niveaux phosphatés :

-un niveau autochtone (en place sur son lieu de formation) d'origine essentiellement biogénique ;(alternance)

-un niveau allochtone (probablement déplacé de son lieu de formation), où les grains ont subi un remaniement mécanique.(couche principale)

Ce travail consiste à faire une étude pétrographique sur trois échantillons prélevés dans la formation chouabine :

-échantillon 277 : dans la couche principale (niveau allochtone)

-échantillon 68 : dans les alternances (niveau autochtone)

-échantillon 64 : dans les alternances (niveau autochtone)

On s'appuie sur la thèse de CHABOU- MOSTEFAI , la recherche sur Internet , l'observation des photos au MEB, les diapositives, des lames minces au microscope photonique pour distinguer les phases minérales authigènes associées au dépôt de phosphate (la forme et la chronologie de néoformation).

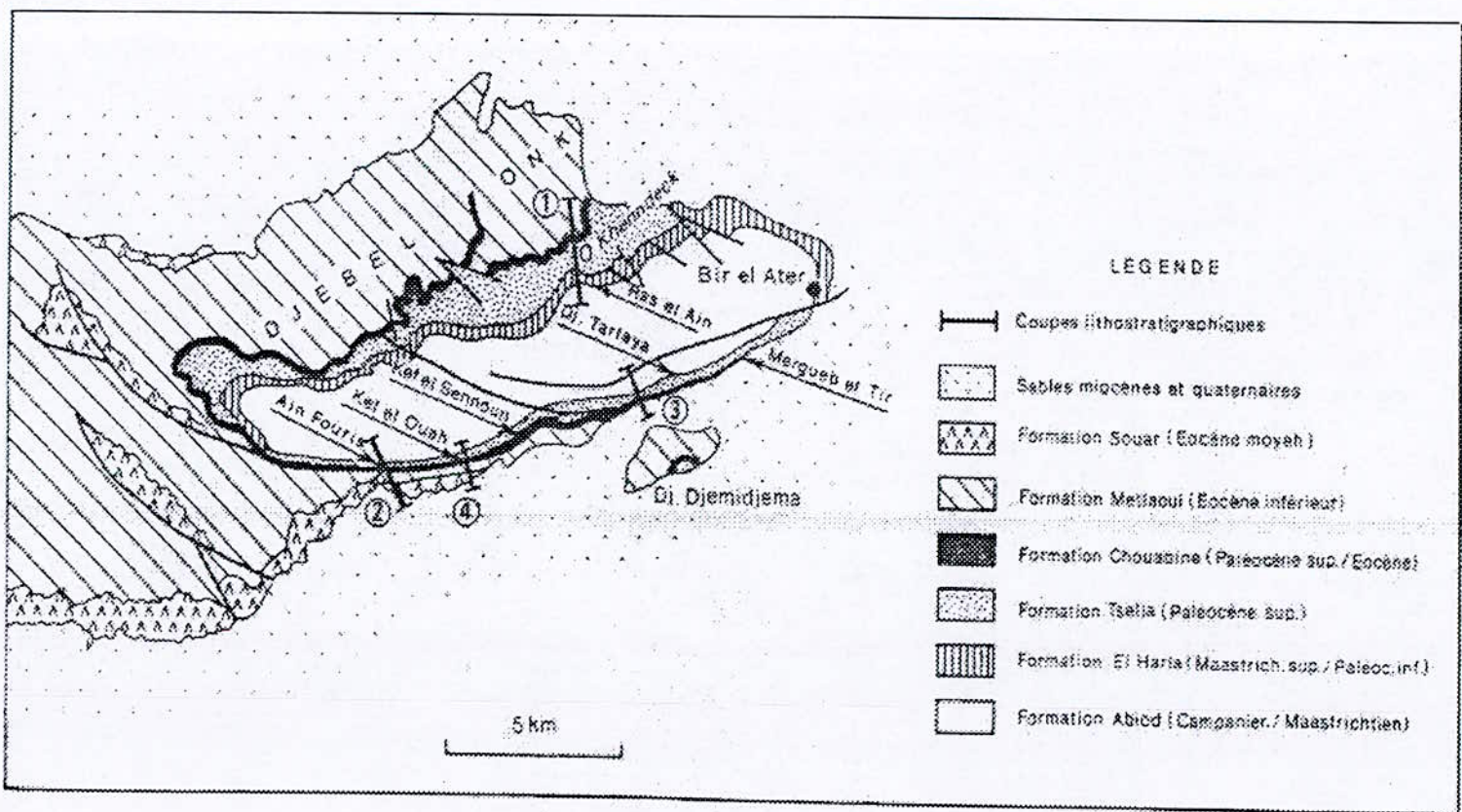
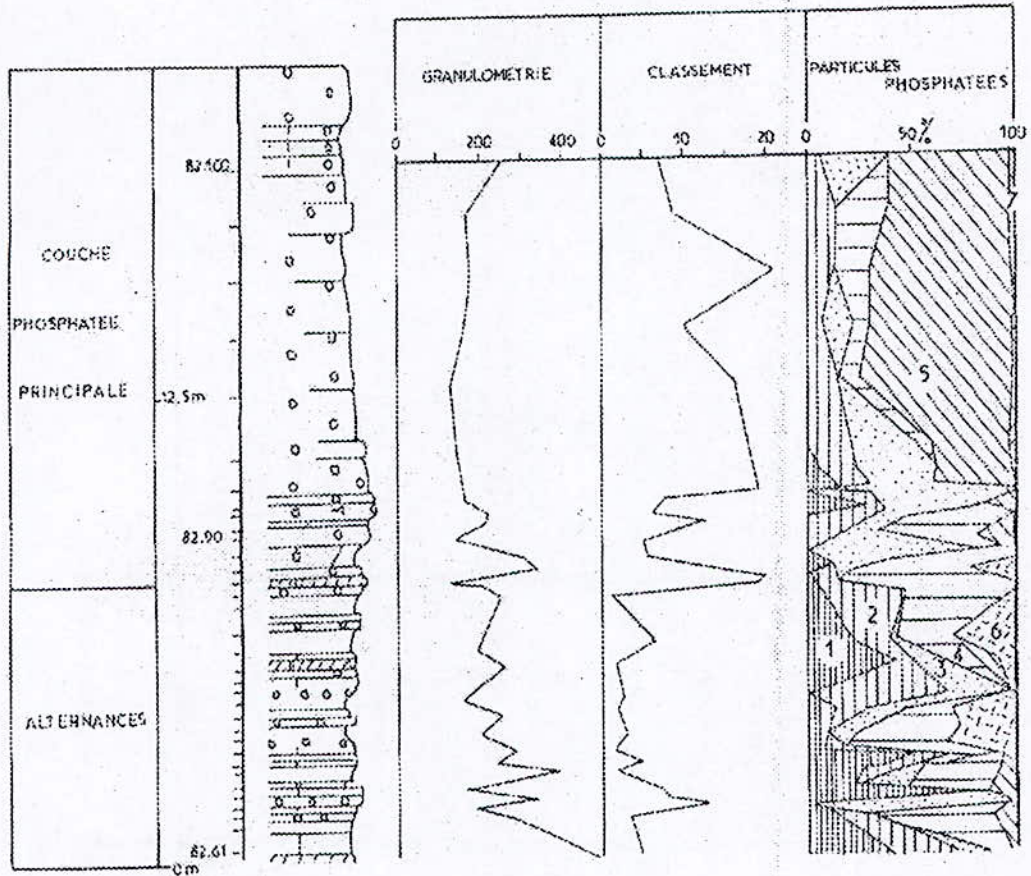


Figure 5 : Localisation des coupes levées au Djebel Onk (Ain Fouris, Kef El -Ouah, Diebel Tarfaya et Ras El-ain)



Légende des particules phosphatées

- 1-Coprolite . 2-Débris osseux . 3-Pellets . 4-Grains enrobés . 5-Oolites . 6-Oncolites et nubéculaires . 7-Agrégats .

Figure 6 : La formation Chouabine : différenciation pétrographique des phosphates autochtones et allochtones.

CHAPITRE 5

Les différentes phases minérales de la
série du Djebel Onk.

L'objet de cette étude consiste à observer les phases minérales authigènes associées au phosphate dans la série du djebel Onk.

Les minéraux authigènes d'après la définition qui est donnée (A.CAROZZI, 1953) débutent leur développement dans le milieu marin pendant la sédimentation, mais ils se développent surtout lors de la compaction qui permet les concentrations minérales nécessaires et se poursuivent, dans certains cas tardivement, sous l'action des eaux de circulation.

Nous allons présenter la liste des principaux éléments rencontrés qui se seraient formés lors de la diagenèse précoce.

DESCRIPTION DES ELEMENTS EXISTANTS

I -Les minéraux :

1- Phosphate : minéral caractérisé par le radical $(\text{PO}_4)^{3-}$. Parmi les nombreuses espèces, notons l'apatite (à Ca et F), elle se présente sous divers aspects :

- en grains de quelques millimètres arrondis (pseudo oolite)
- en débris (os, écailles de poisson...) épigenisés
- en plages finement cristallines cimentant des éléments variés
- en nodules concrétionnés de 1 à 5 cm

La majeure partie du phosphate est fixée à la suite de la décomposition bactérienne des matières organiques en milieu marin. (A.CAROZZI, 1953 – A.FOUCAULT, 1984)

-L'apatite : est un minéral phosphaté de formule chimique $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{F}, \text{Cl}, \text{OH})$
 - composition chimique : Ca : 39.36% - P : 18.25% -H : 0.07% - Cl : 2.32%-O : 38.76% - F : 1.24% (<http://webmineral.com>)

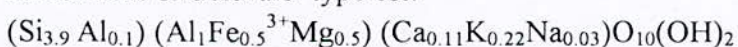
Dans la série du djebel Onk l'apatite contient 6% de soufre en moyenne, 39% de calcium, 24.5% de phosphore du clore de 1 à 2%.

2-Argiles : les minéraux argileux, se présentant en très petits cristaux (quelque μm , en plaquette hexagonales ou parfois en fibres), caractérisées par la superposition de feuillets composés de couches tétraédriques et octaédriques.

Parmi les minéraux argileux on distingue :

- Les smectites : elles sont alumino ferrifères, potassiques et magnésiennes.

La formule structurale type est:



dioctaédrique riche en fer et en potassium (K dans l'inter foliaire et Fe dans l'octaèdre)

il y a plusieurs variétés comme : la nontronite(riche en fer)

-nontronite : composition chimique : Na : 1.39% - Al : 5.44% - Fe :22.52% - Si : 16.99% - H :2.03% - O :51.62%

-Attapulgite : c'est une argile fortement magnésienne, fibreuse (A.FOUCAULT, 1984).

3-Opale CT : L'un des variétés polymorphe de la silice, elle prend la forme de cristallites de cristobalite et de tridymite désordonnées. Dans l'opale cristobalite et l'opale tridymite les couches de tétraèdres (SiO_4) sont normales mais l'empilement des couches les unes au-dessus des autres est désordonné, tantôt suivant (opale T) et tantôt suivant (opale C), c'est pourquoi dans la description des photographies on a employé le terme d'opale CT.

- La tridymite et la cristobalite : La cristobalite : quadratique, pseudo cubique. La tridymite : orthorhombique est pseudo hexagonale.

4 -Opale amorphe : silice hydratée amorphe et colloïdale, elle se présente en enduit, en remplissage de vacuoles, ou en sorte de brouillard imprégnant les calcaires siliceux, elle forme aussi le test des organismes siliceux (diatomées, radiolaires, spicules d'éponges), rigoureusement isotrope (J.JUNG, 1963). C'est ce qui semble présenter un arrangement au MEB et que nous avons rangé dans l'opale CT dans notre description.

5-Calcédoine : il s'agit de cristallites de quartz α empilés les unes sur les autres afin de constituer une fibre de calcédoine, très souvent associée à la silice amorphe (opale) (J.AUBOUIN, 1975)

6-Feldspath : tectosilicate du système monoclinique ou triclinique qui est chimiquement un silico-aluminate potassique, sodique ou calcique, on distingue :

-Les feldspaths potassiques : $(\text{K}, \text{Na})(\text{Si}_3\text{AlO}_8)$ avec faible proportion de Na, correspondant à la série microcline – orthose – sanidine

- microcline : de système triclinique, composition chimique : K : 14.05%, Al : 9.69%, Si : 30.27%, O : 45.99%
- l'orthose : du système monoclinique, composition chimique : la même
- sanidine : du système monoclinique, composition chimique : K : 10.69, Na : 2.1, Al : 9.84, Si : 30.72, O : 46.66%

-Les feldspaths sodi – potassiques : $(\text{Na}, \text{K})(\text{Si}_3\text{AlO}_8)$ plus riche en Na que les précédents comme l'anorthose : composition chimique : K : 3.67%, Na : 6.48%, Al : 10.13%, Si : 31.65%, O : 48.07%

-Les feldspaths sodi – calciques : ou plagioclases du système triclinique forment une série isomorphe continue de l'albite sodique à l'anorthite calcique

-albite : $\text{Na}(\text{Si}_3\text{AlO}_8)$, composition chimique : Na : 8.3%, Ca : 0.76%, Al : 10.77%, Si : 31.50%, O : 48.66%

-plagioclase : composition chimique : Na : 4.25% , Ca : 7.40% , Al : 9.96% , Si : 31.12% , O : 47.27%

7-Clinoptilolite : est un zéolite de la famille de l'heulandite, cristallise dans le système monoclinique (silicate d'alumine potassique et calcique), elle se présente en petits cristaux

formule structurale : $(\text{Si}_{28.87} \text{Al}_{6.55} \text{Fe}_{0.15}^{3+}) \text{O}_{72} (\text{Na}_{3.04} \text{K}_{1.4} \text{Ca}_{1.57})_{24} \text{H}_2\text{O}$ (M.CHABOU , 1987)

composition chimique : K : 2.01 , Na : 2.36% , Ca : 0.88% , Al : 8.90% , Si : 27.79% , H : 1.77% , O : 56.29% (www.webmineral.com)

8-Gypse : formule chimique : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, cristallise dans le système monoclinique
Composition chimique : CaO : 32.5% , SO_3 : 46.6% , H_2O : 20.9% (A.PARFENOFF, 1970)

II -Les fossiles :

9-Ostracode : arthropodes dont le corps, non segmenté, est pourvu d'antennes et de pattes, et est enfermé dans une coquille bivalve chitineuse et parfois calcifiés, s'articulant au niveau d'une charnière et dont l'ouverture est assurée par un ligament élastique de la fermeture par un muscle, sa taille varie de 1 à 10 mm

10-Diatomées : Algues unicellulaires, marines ou lacustres, enfermées dans une coque siliceuse (frustule) finement ornée, formée de deux parties emboîtées (taille : 0.02 à 0.3mm)
(A.FOUCAULT, 1984)

11-Foraminifères : Protozoaires surtout marins du groupe des rhizopodes, leur grande importance géologique est liée au fait qu'ils s'entourent d'une coquille (test) chitinoïde (foraminifères agglutinants ou arénacés) ou calcaire (foraminifères perforés ou imperforés) facilement conservés dans les sédiments, leur dimension va du millimètre jusqu'à quelques centimètres, donc ce sont des organismes calcaires et magnésiens (Internet)

12-Cyanophycées : ce sont des algues vertes et bleues, calcifiées

III -Autres :

13-Le canaux de havers : petits canaux réguliers traversant le tissu osseux compact, parallèlement à l'axe longitudinal de l'os, autour de chacun d'eux, la substance fondamentale de l'os.

14-Brèches ossifères :souvent phosphatées et bitumineuses, ces brèches sont en liaison étroite avec les périodes de transgression et de régression, ces micro brèches ossifères , phosphatées ,sont associées à la plupart des gisements de phosphate. Caractérisé par la microstructure caractéristique (canalicules et corpuscules osseux, canaux de havers), les débris osseux se trahissent par leur morphologie curieuse, il s'agit toujours d'esquilles à angle vifs ou de fragments grossièrement prismatiques, à section sub-rectangulaire. (A.CAROZZI, 1953)

CHAPITRE 6

Observation des échantillons au
microscope électronique à balayage
et au microscope optique

1-OBSERVATION DES ECHANTILLONS AU MEB**1-1- Observation de photographies relatives à un niveau phosphaté remanié (allochtone)****1-1-1-Echantillon 277(du Djebel Djemidjema) couche principale :
planches photographiques I à II**

Observation de grains de phosphates JB 2233 à JB 2241(les numéros des photographies sont suivis du grossissement).

- JB 2233 * 50000(ph. 1) : fragment de phosphate constitué par l'apatite en cristaux (cf annexe 1 : les spectres 9-8-2-6-1)
- JB 2235 * 800(ph.2) : grains de phosphate arrondi de diamètre $\approx 200 \mu\text{m}$
- JB 2236 * 5000(ph3) : le grain de phosphate à l'intérieur

A l'aide des photos JB 2235 ET JB 2236 on trouve que ce phosphate est un oolite sub-arrondi (cortex et nucléus).

- JB 2237 * 50000(ph4) : argiles authigènes en feuilles arrondies (J.AUBOUIN, 1975) dans des grains de phosphates en fibres (apatite :hexagonal voir description des éléments) plus quelques traces de gypse ,(voir le spectre 8 :annexe 1) : est identique au spectre dans (CHABOU- MOSTEFAI ,1987)
- JB 2238 * 20000(ph5) : on voit clairement les gerbes d'apatites
on voit aussi l'argile authigène qui est dans le grain de phosphate.

JB 2240 * 50000(ph6) : à l'aide du spectre 4 (annexe 1) , cette photo présente la silice amorphe avec quelques barrettes de calcédoine. Parce que l'opale est toujours associée à la calcédoine (ROUBAULT, 1963)

1-1-2- Conclusion : on observe bien les caractères de ces phosphates allochtones qui avaient été décrits lors de l'étude pétrographique (CHABOU- MOSTEFAI,1987) à savoir les grains phosphatés sont des oolites bien individualisées avec absence de matière organique dans le liant ;mais à l'intérieur des grains on observe l'association habituelle : apatites carbonatée soufrée, argiles ferrifère et potassique, silice.
On note aussi la présence de matière organique dans les grains de phosphates.

1-2- Observation de photographies relatives à un niveau phosphaté formé sur place (autochtone)

1-2-1- Echantillon 68 dans les alternances (apatite de Chouabine) : planches photographiques III à VIII

- JB 2242 * 8000(ph7) : sphère de silice et d'argile diamètre = 5 µm
- JB 2243 * 50000(ph8) : détail de fibre (identique au précédent) se sont des nontronites (minéral argileux du groupe des smectites) d'après FROELICH, 2000,
- JB 2244* 2000(ph9) : vue d'ensemble
- JB 2245 * 20000(ph10) : feuillets d'argiles
- JB 2246 * 50000(ph11) : fibres en gerbes (calcédoine) parce que le calcédoine se trouve au cœur de la sphère siliceuse (CHABOU- MOSTEFAI, 1987)
- JB 2247 * 9000(ph12) : sphérules d'argiles en feuillets (argiles smectites lattées) + silice en fibre (calcédoine : cf description des éléments)
- JB 2248 * 1000(ph13) : vue d'ensemble : sphérules d'argiles et la silice repose sur une paroi (opale CT non fibreuse)

Si on compare les photos de 7 à 13 aux photos de 54 à 59 on voit que l'opale CT est de diamètre 20µm alors que les sphères de silice et d'argile ont des tailles de 5µm, d'après les derniers photos 54 à 59 les sphères d'opales CT ont pu évoluer durant le diagenèse.

Donc les photos (ph.7 à13) *montrent l'évolution des sphères siliceuses : au début il y a un noyau de silice fibreuse (ph.11) couvert par des argiles en feuillets (ph.12). Chronologiquement on a la silice puis les argiles ici.*

Les photos 2242(7) et 2243 (8)montrent des sphères plus évoluées que les précédentes et en 2248 (13) on voit l'ensemble qui repose sur une paroi (opale CT non fibreuse : avant l'évolution)

- JB 2249 * 100000(ph14) : silice amorphe en sphère + la structure fibreuse des argiles (c'est une attapulgite= palygorskyte) (FROELICH ,2000)
 - JB 2250 * 30000(ph15) : identique à précédemment
 - JB 2252 * 100000(ph16) : silice amorphe en sphère incluant l'argile fibreuse, c'est la preuve du dépôt de la silice après l'argile .
- On a ici un ordre chronologique argile puis silice qui l'entoure.*

- JB 2254 * 13000(ph17) : observations identiques à échelle différente
- JB 2255 * 10000(ph18) : sphère cassées donnant SiO₂ pure (cf JB 2258 ph.21) très largement supérieur au reste, de la calcédoine probablement d'après l'observation au microscope photonique du même échantillon.

- JB 2256 * 50000(ph19) : empilement de fibres de quelques nm (détail de photo 20)
- JB 2257 * 20000(ph20) : les fibres constituent une forme de tube (calcédoine) de taille 100nm.
- JB 2258 * 10000(ph21) : détail avec lépisphères d'opale CT en voie de formation SiO₂ pure d'après les photos jb2255 et jb2258 : la calcédoine qui se trouve au cœur de la sphère siliceuse (CHABOU- MOSTEFAI ,1987) se transforme en silice pure (opale à la périphérie).
- JB 2259 * 30000(ph22) : d'après le spectre 7 (annexe 1 p.IV) on voit un silicate alumino potassique et calcique , c'est la clinoptilolite
- JB 2260 * 30000(ph23) : à coté du grain de phosphate des structures englobant des argiles (voir JB 2552), *argiles fibreuses entourant le phosphate (forme de phosphate d'après JB 2233*50000, ph.1,pl.1)*
- JB 2261 * 100000(ph24) : détail, on voit que l'argile est déposée au contact du phosphate ce qui semble prouver que la formation des phosphates se fait en même temps que l'argile.
- JB 2262 * 10000(ph25) : vue d'ensemble
- JB 2263 * 50000(ph26) : phosphates et argiles aux fibres enchevêtrées
- JB 2265 * 200 (ph.28,pl.VIII) : ciment siliceux et sphère d'opale CT avec grains de phosphate (voir photo (ph.2) 2235*800 : phosphate arrondi (diamètre 200 μm)) associés à du feldspath :ces minéraux traduisent le début de la diagenèse .
- JB 2266 * 10000(ph29) : bactéries en forme de bâtonnets appelées bacilles et rosettes de bactéries dans la silice.
- JB 2267 * 3000(ph30) : idem, bactéries et sphères de silice en formation semblent associées à des champignons en présence d'argile magnésienne.

1-2-2-Echantillon 64 prélevé dans les alternances (apatites de Chouabine) planches photographiques IX à XVI

- JB 2268(ph31) * 10000 ET JB 2269 * 1400 : opale CT en petites géodes
- JB 2271 * 50000 ET JB 2272 * 20000(ph33 et 34) : : feuillets superposés avec cristaux en fibre, preuve que l'opale dite amorphe peut cristalliser
- JB 2274 * 40000(ph35) : micro fossiles contient des trous identique à la photo 2
- (cf. annexe 2)
- JB 2277 * 30000(ph36) : : microbe silicifié taille 200nm
- JB 2279 * 30000(ph37) : ressemble à structure graphique , tout est en silice (semble être une souche de bactéries).
- JB 2280 * 5000(ph38) : micro brèche osseuse taille 7um, avec la silice en mucilage de bactéries, la porosité est orientée en éventail ce qui prouve une empreinte, peut être est-ce la conséquence de la décomposition de l'os.
- JB 2281 *100000(ph39) : vides laissés par des virus (forme et taille correspondent)
- JB 2283 * 30000(ph40) : on a des surfaces irrégulières provoquées par le remplissage de cavités entre 10 et 30 nm de silice et des vides laissés par des virus (centaine de nm).
- JB 2284 * 12500(ph41) : idem
- JB 2287 * 5000(ph42) : papiers ? moulage ? empreinte ? difficile à dire.
- JB 2288 * 10000(ph43) : micro sphère de phosphates diamètre 2 à 1.5 µm + silice
- JB 2289 * 3000(ph44): Feldspaths sodiques ou/et Feldspaths potassique(d'après la micro analyse) bien cristallisés mais en partie cassés bordés par des lépisphères d'opales et des sphères coalescentes d'opale CT ; on observe en bas à gauche un moulage de foraminifère par l'opale (taille 50um à 100um) ;les mêmes semblent avoir été observées dans les argiles silicifiées (CHABOU- MOSTEFAI,1987). Ils sont de petite taille entre 100 et 250um et le test est parfois transformé par la silice (voir photo 4 :Annexe 2).
- JB 2290 * 500(ph45) : contact entre silice, opale , FK et grains de phosphates ;l'observation montre une plage finement cristallisée (cf chap.5 description des éléments), dessous apparaît la clinoptilolite qui est mieux observée dans la photo50.pl.XIII.
- JB 2291 * 2000(ph46): Feldspaths K? Feldspaths Na? ,ici la clinoptilolite est en remplissage des vides et apparaît en gris sombre sur la photo 46.
- JB 2292 * 50000(ph47) : détail de sphère d'opale CT (en fibre) photo 47.
- JB 2295 * 2000(ph48) : autre vue de sphère d'opale CT en bordure de

phosphate et feldspath en remplissage des vides ici plus clair que l'opale situé en bas de la photo à gauche ; Ici la chronologie est la suivante : *phosphates – opales- puis feldspath*.

- JB 2299 * 50000(ph49) : la silice est en feuillet, elle est en remplissage des vides dans le phosphate(la formation du phosphate se serait donc faite en premier) et explique un peu les photos de dissolution par micro organismes et remplissage de silice (JB 2277 jusqu'à JB 2286) ce qui est observable dans les photos 36,37,et surtout 40.
- JB 2300 * 2000 (ph.50) : Ici on a des feldspaths (à droite en haut même contraste que celui de la photo 2295 où il est en bas à gauche), de la clinoptilolite qui occupe la partie inférieure de la photo ,des phosphates en haut et à gauche, des lépisphères d'opale CT au centre avec des petits phosphates (2 à 3 μm = taille d'un bacille) comme sur la photo JB 2288 * 10000(ph.43)
- JB 2301 * 2000(ph51) : idem
- JB 2302 * 5000(ph52) : kyste de chrysophycée 10 μm d'après le spectre 5 (annexe 1), elle est couverte par une argile magnésienne et le Ca montre que la chrysophycée est calcique (voir description des éléments chap.5)
- JB 2303 * 3000(ph53) : Feldspaths cristallisé avec opale imbriquée dans la cassure ou bien ce pourrait être de la clinoptilolite à cause de la micro analyse qui donne : un feldspath calco sodique qui s'apparente fortement à la clinoptilolite.
- JB 2304 * 2000(ph54) : Feldspaths sodique et opale CT aplatie : preuve supplémentaire de la formation du feldspaths en dernier.
- JB 2305 * 2600(ph55) : moulage interne d'ostracode au centre (ph .55)avec perforations de la taille de 30 μm d'après la thèse de (CHABOU-MOSTEFAI,1987) cette formation contient des bioclastes composés par des valves jointes ou disjointes d'ostracodes de 150 à 300 μm à tests parfois silicifés (cf. photo 3 : Annexe 2)
- JB 2306 * 20000(ph56) : ressemble à des diatomées mais avec une taille de 2 μm au lieu de 6 μm , elle est identique à la photo 1(voir annexe 2).
Cette taille semble s'expliquer par le caractère semi confiné dans lequel le phosphate et sa para genèse se sont formés, ce qui pourrait être la cause de la réduction dela taille de ces diatomées.
- JB 2308 * 2300(ph57) : Feldspaths avec sur une de ses faces l' empreinte d'une lépisphère d'opale CT bien visible au centre de la photo 57.
- JB 2309 * 1000(ph58) : Feldspaths(en haut à gauche) qui semblent se présenter comme la dernière phase de diagenèse après les lépisphères d'opale CT (taille 20 μm)
- JB 2310 * 1000(ph59) : Feldspaths sodiques en bas à gauche de couleur gris sombre , opale CT (taille 20 μm) en lépisphères et des cristaux d'albite en haut à droite de la photo 59 (présentant des macles répétées) ; on voit en JB2309.

JB2310 et JB2304 que le feldspath est bien cristallisé,(le Feldspath a cristallisé durant la diagenèse précoce).

1-2-3-Conclusion :

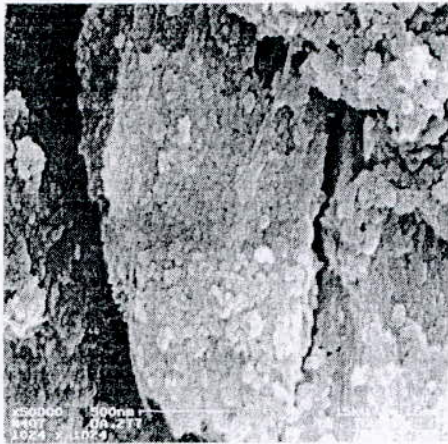
L'observation des phases minérales constituant la paragenèse phosphatée dans les niveaux autochtones appelle quelques remarques.

Ce milieu est riche en micro-organismes, microbes, virus, algues, notamment : il est caractérisé par :

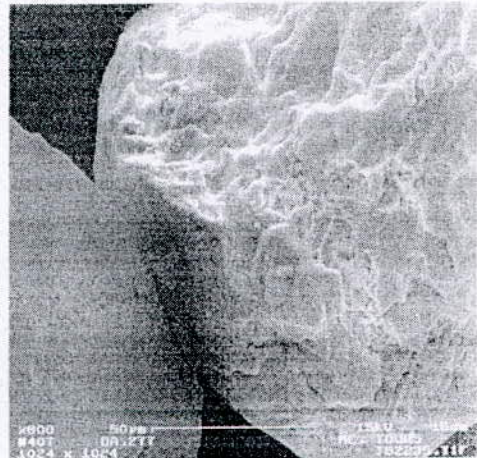
- de l'apatite carbonatée fluorée, soufrée et chlorée,*
- des argiles fibreuses ferro –potassiques et magnésiennes,*
- de la clinoptilolite décelée sur les diagrammes obtenus en micro analyse après qu'elle ait été observée en lame mince en microscopie photonique (CHABOU-MOSTEFAI,1987),et observée de rares fois au MEB (ph.50, 22,et 25).*
- de la silice sous forme d'opale CT,*
- des feldspaths potassiques et calco sodiques.*

L'apparition de ces phases semble correspondre à un milieu riche en silice et silicate d'alumine ferrique potassique et sodique avec l'apatite carbonatée fluorée dans un milieu réducteur qui se traduit par le soufre , le chlore et les microorganismes.

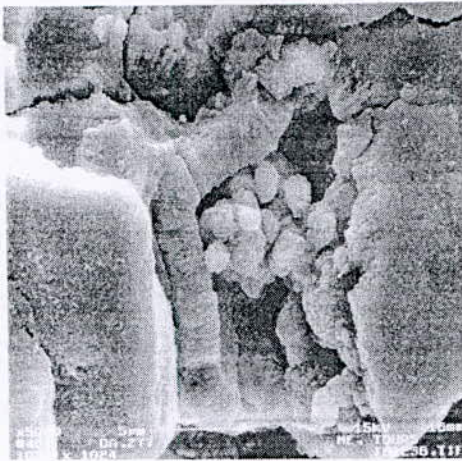
Planches
photographiques
au MEB.



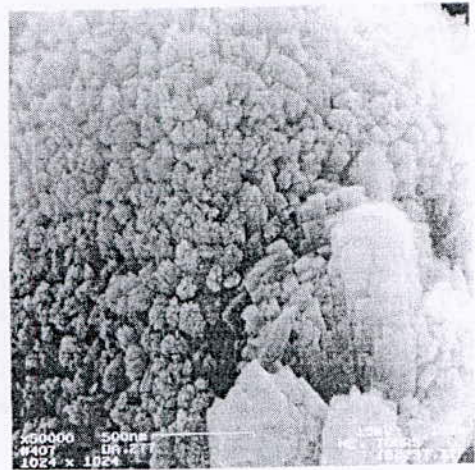
1-JB 2233*50000 : fragment de grain de phosphate



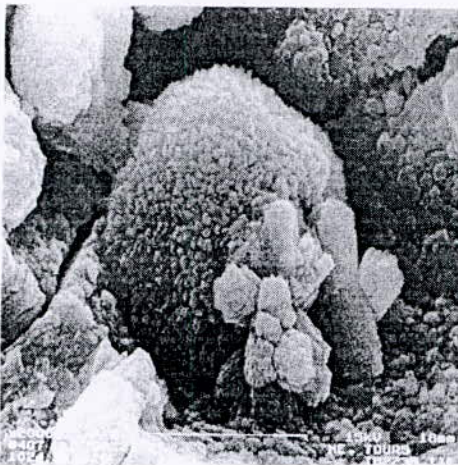
2-JB 2235*800 : grains de phosphate (200µm)



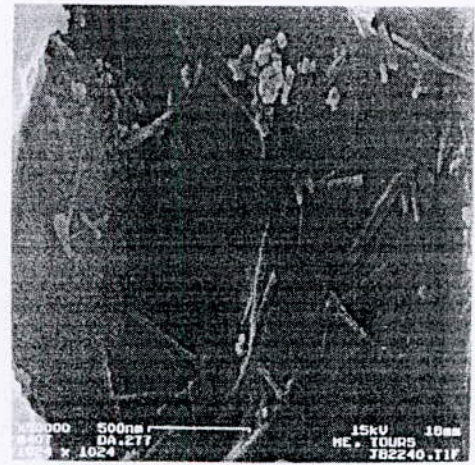
3-JB 2236*5000 : grain de phosphate
(intérieur)



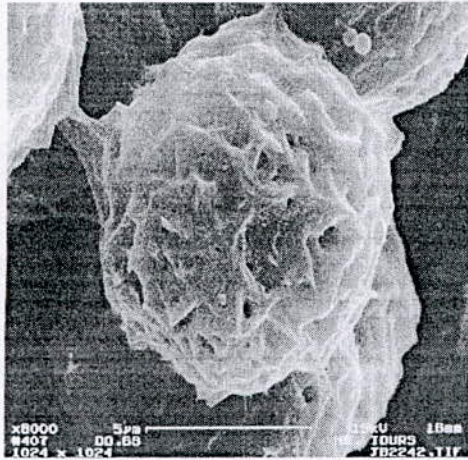
4-JB 2237*50000 : argiles authigènes et
apatite en cristaux



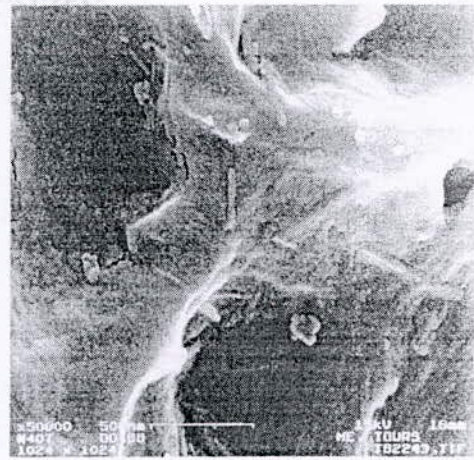
5-JB 2238*20000 : vue d'ensemble



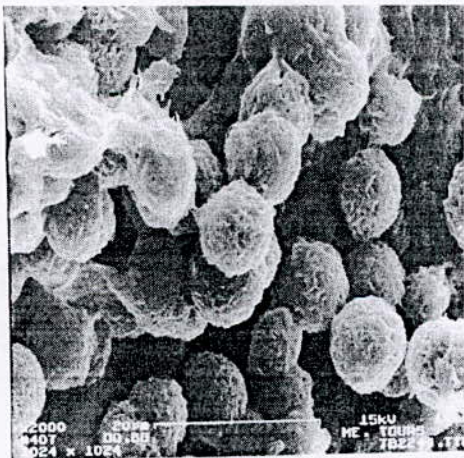
6-JB 2240*50000 : silice amorphe
et barrettes de calcédoine



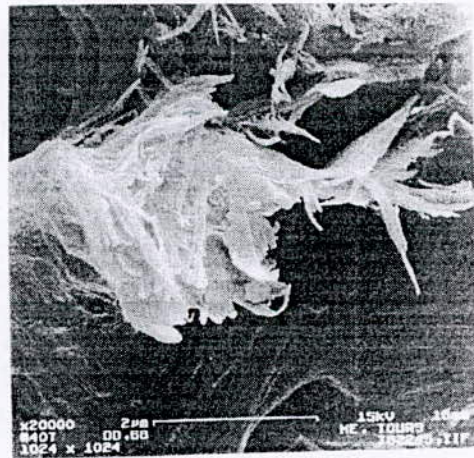
7-JB 2242* 8000 : sphère de silice et d'argile (5μm)



8-JB 2243*50000 : détail de fibre (nontronites)



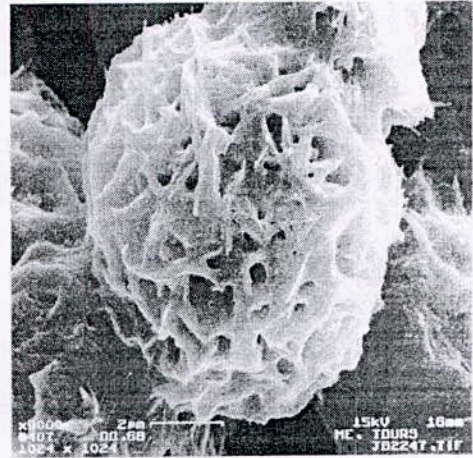
9-JB 2244*2000 : vue d'ensemble



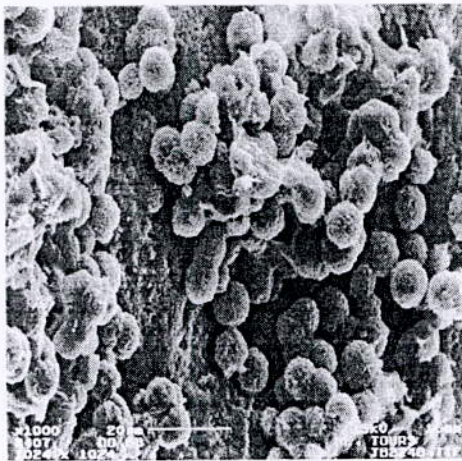
10-JB 2245*20000 : feuillets d'argiles



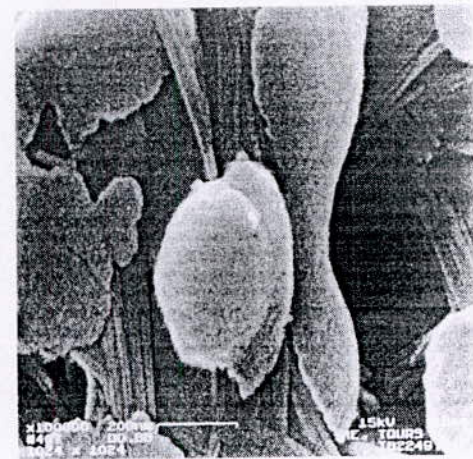
11-JB 2246*50000 : fibres en gerbes
(calcédoine)



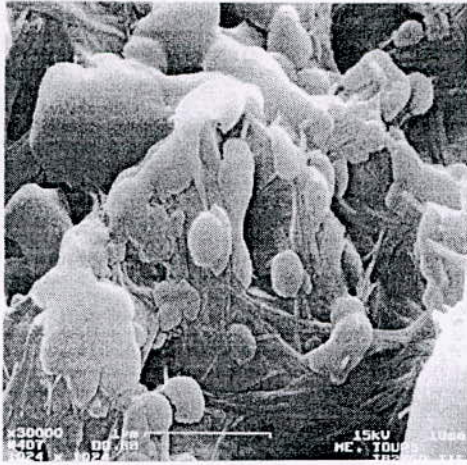
12-JB 2247*9000 : sphérules d'argiles
en feuillets et silice en fibre



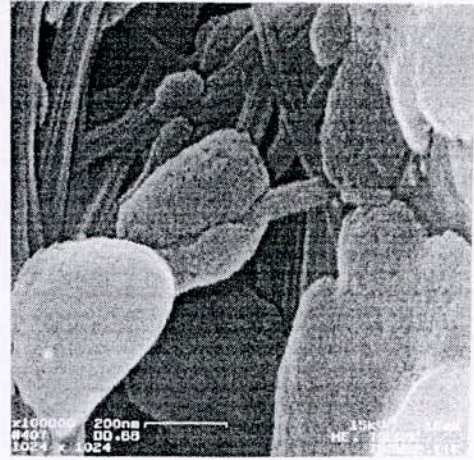
13-JB 2248*1000 : vue d'ensemble



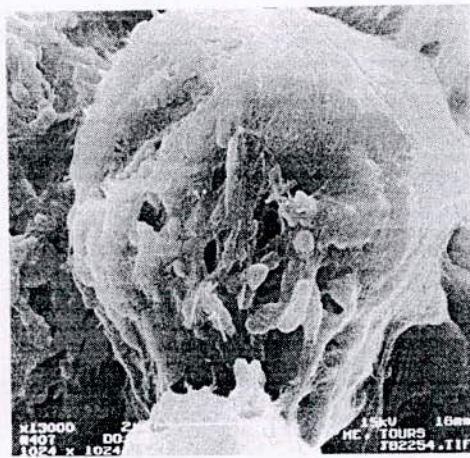
14-JB 2249*100000 : silice amorphe
en sphère et argiles fibreuse



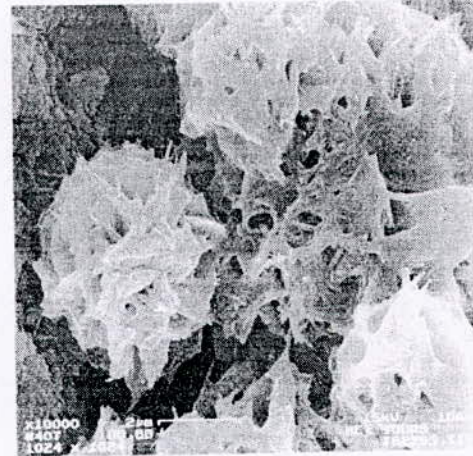
15-JB 2250*30000 : vue d'ensemble



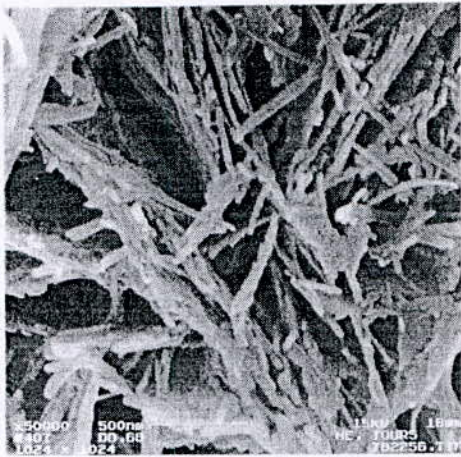
16-JB 2252*100000 : silice amorphe en sphère incluant l'argile fibreuse



17-JB 2254*13000 : vue d'ensemble



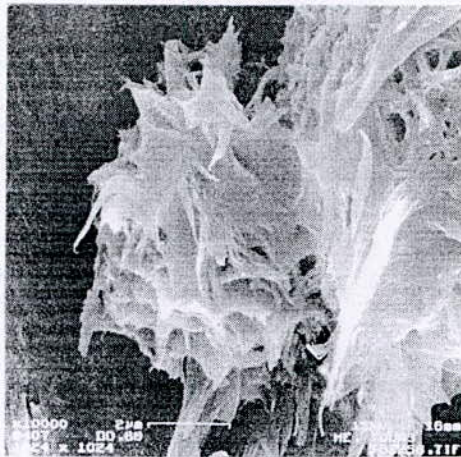
18-JB2255*10000 : sphère de silice cassées



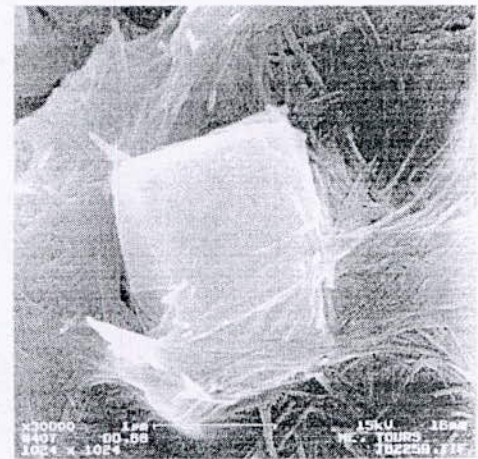
19-JB2256*50000 : empilement de fibres (calcédoine)



20-JB2257*20000 : les fibres constituant une forme de tube



21-JB2258*10000 : l'épispère d'opale CT en voie de formation SiO_2 pure



22-JB2259*30000 : la clinoptilolite en cristaux



23-JB2260*30000 : grains de phosphate englobant des argiles



24-JB2261*100000 : détail



25-JB2262*10000 : vue d'ensemble



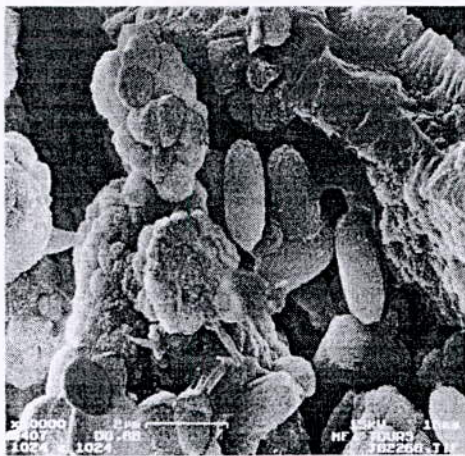
26-JB2263*50000 : phosphates et argiles



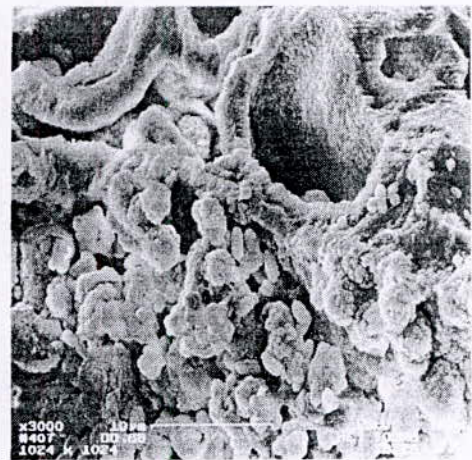
27-JB2264*20000 : vue d'ensemble



28-JB2265*200 : ciment siliceux et grains de phosphates



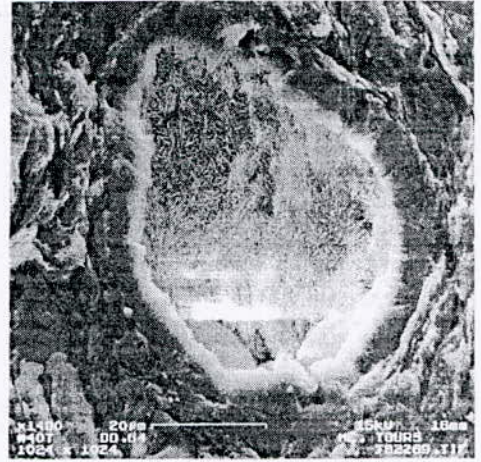
29-JB2266*10000 : bactéries, sphères de silice et champignon



30-JB2267*3000 : vue d'ensemble



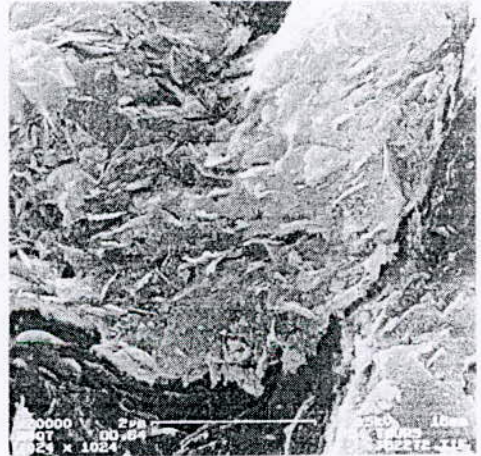
31-JB2268*10000 : opales CT
en petite géode



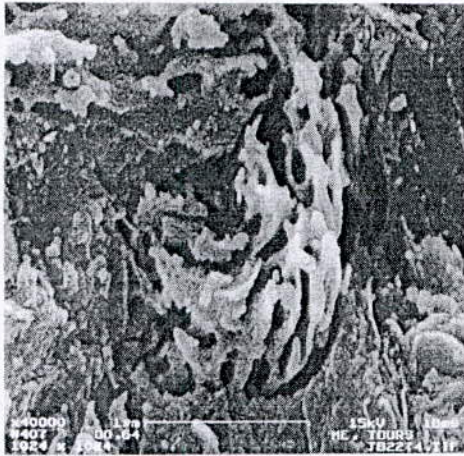
32-JB2269*1400 : vue d'ensemble



33-JB2271*50000 : feuillets de silice



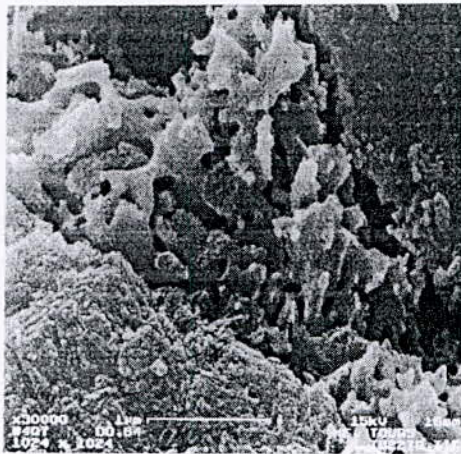
34-JB2272*20000 : vue d'ensemble



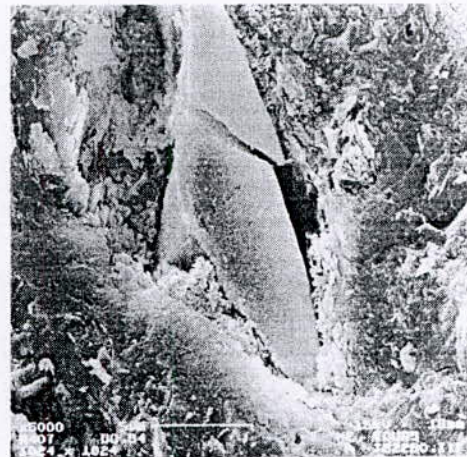
35- JB2274*40000 : micro fossile
(1 μ m)



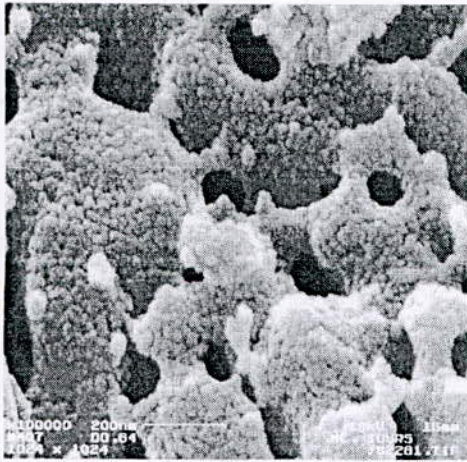
36- JB2277*30000 : microbe silicifée
(200nm)



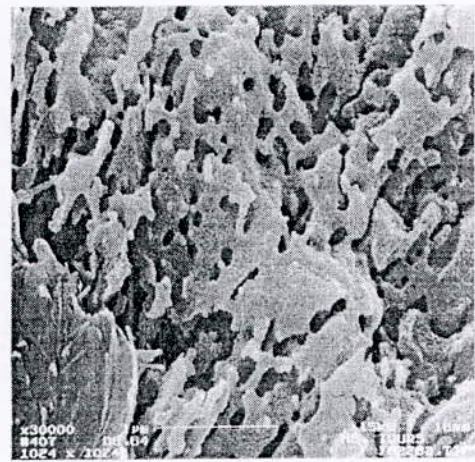
37- JB2279*30000 : silice en mucilage
de bactéries



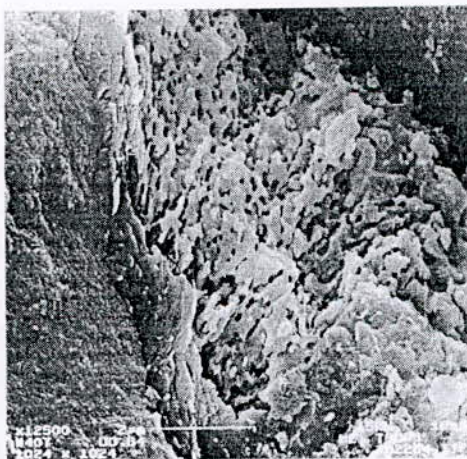
38- JB2280*5000 : micro brèche
osseuse et silice



39- JB2281*100000 : vides laissés par des virus



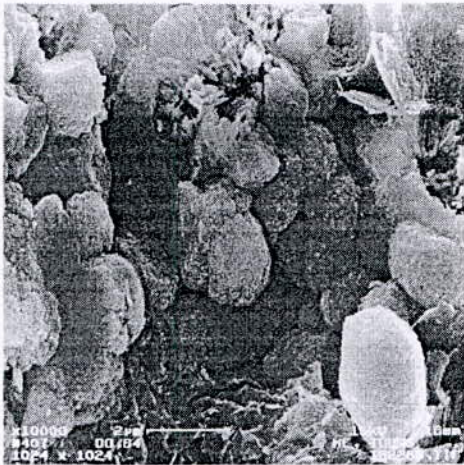
40- JB2283* 30000 : silice et vides laissés par des virus



41- JB2284* 12500 : vue d'ensembles



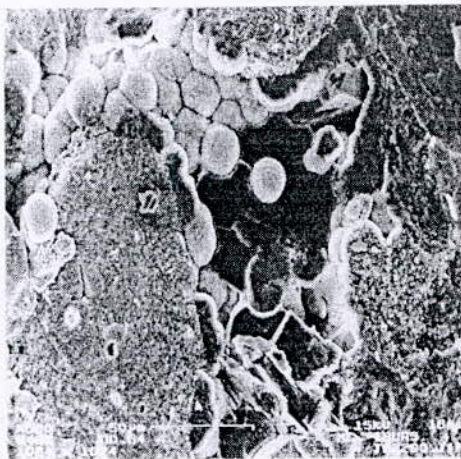
42- JB2287*5000 : papiers ? moulage ? empreinte ?



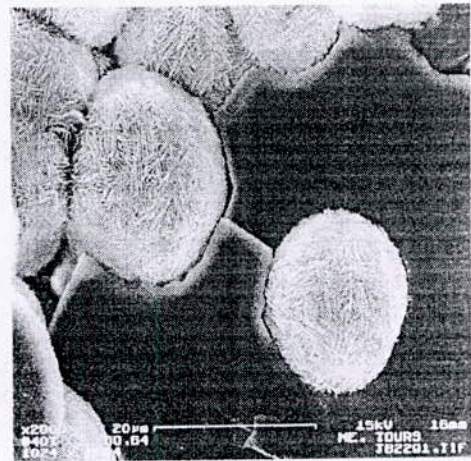
43- JB2288*10000 : micro sphère
de phosphates et silice



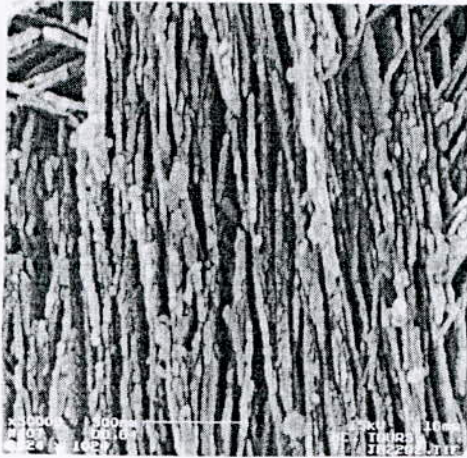
44- JB2289*3000 : feldspaths Na ?
feldspaths K , sphères d'opale CT
et foraminifères



45- JB2290*500 : silice , feldspath potassique
et grains de phosphate



46- JB2291*2000 : feldspath potassique et
sodique et clinoptilolite+ gypse



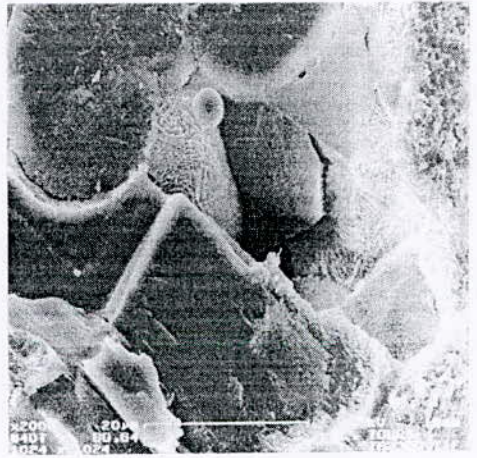
47- JB2292*50000 : détail de sphère d'opale CT



48- JB2295*2000 : sphère d'opale CT, feldspath et phosphate



49- JB2299*50000 : silice en feuillet et phosphate



50- JB2300*2000 : feldspath, clinoptilolite, phosphate et l'épissphère d'opale CT



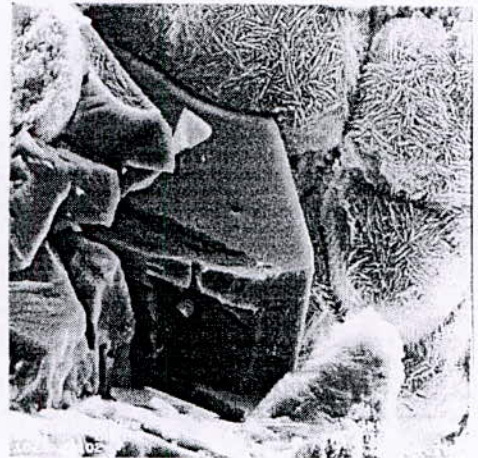
51- JB 2301*2000 : idem



52- JB2302*5000 : kyste de chrysophycée



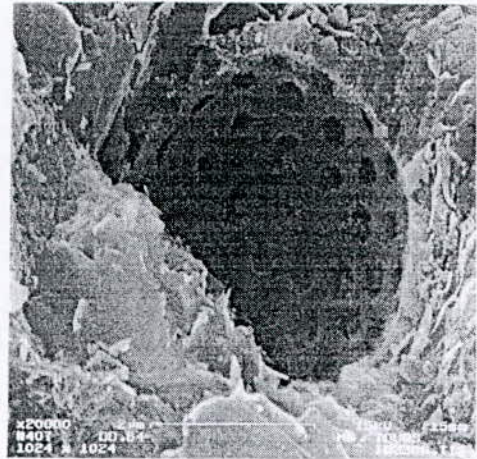
53- JB2303*3000 : feldspath et opale



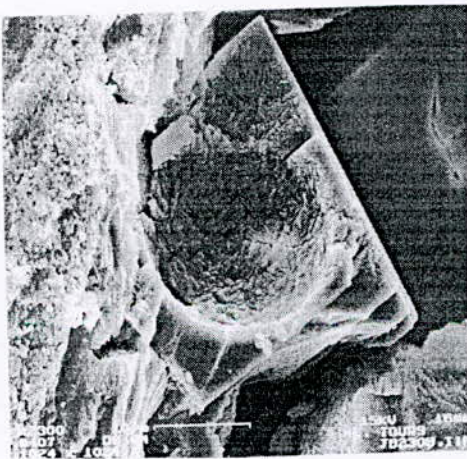
54- JB2304*2000 : feldspath sodique
et opale CT aplatie



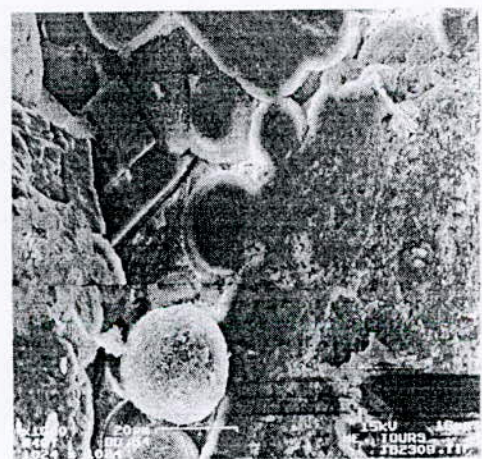
55- JB2305*2600 : moulage interne d'ostracode



56- JB2306*20000 : diatomée(2 μ m)



57- JB2308*2300 : feldspath et empreintes de l  pissph  re d'opale CT



58- JB2309*1000 : feldspath et opale CT(20 μ m)



59- JB2310*1000 : l'albite et opale CT(20µm)

2-OBSERVATION AU MICROSCOPE OPTIQUE :

L'observation au microscope optique a concerné :
des échantillons (82-114,82-108 ,82-109) situés dans la couche phosphatée principale(dans les niveaux allochtones) de la coupe de Ras el Ain sur le flanc nord du Djebel Onk et

des échantillons (82-61,82-65) situés dans les niveaux phosphatés autochtones de la même coupe .

Ces observations nous ont permis de distinguer la granulométrie des éléments figurés, la texture des différentes phases minérales , ainsi que leur transformation diagenétique comme les phénomènes de recristallisation ,dolomitisation, calcitisation et silicification .

Dans les niveaux de phosphates autochtones :

l'échantillon 82-61 :

texture : grainstone

matrice argileuse(un peu brune en LN)

Grains de phosphate calcique enrobé, glauconie très rare, débris osseux

Pellets à pigments disséminé, de couleur foncée

Matière organique très riche et diffuse

l'échantillon 82-65 :

texture grainstone à packstone .

matrice argileuse + ciment siliceux(opale)

On distingue les argiles par son phénomène de plissement qui montre comme un lit sur lequel les différents grains reposent ;

Présence de quartz sub anguleux,

glauconie,

foraminifères silicifiés

Les éléments phosphatés sont des pellets zonés et des oolites ;

on note la présence de micro organisme variés et

des os et des dents de poissons cassés

Dans les niveaux de phosphates allochtones on a :

l'échantillon 82-109 :

texture : « cristalline rocks » (on a introduit ce terme parce que la texture n'est pas reconnue).

le ciment est carbonaté : calcite rare sparite, dolomite microsparite(entre 5 et 10 μ m)

Présence de quartz (gris en LP), gypse, glauconie, éléments phosphatés(brun en LN, noir en LP) en pellets.

matières organique variable

Os et dents cassés (plus claire en lumière polarisée à cause de la présence d'apatite micro cristalline)

l'échantillon 82-108 :

texture : grainstone .

ciment carbonaté : calcite, dolomite (rhomboèdre)

Présence de quartz, feldspaths détritiques (présence des macles multiples).

débris osseux

Éléments phosphatés en pellets avec couleur variable (noir en LP)

Glauconie de taille (50 µm à 300 µm) de forme arrondie ; dont la couleur varie de vert clair au vert foncé

l'échantillon : 82-114 :

texture : « cristalline rocks »

ciment carbonaté : présence de calcite poecilitique et dolomite en rhomboèdre auréole de croissance (dolo -microsparite)

Ce qui prouve une dolomitisation de la matrice et recristallisation des dolomites .

On note la présence des oxydes sulfurés.

3-COMPARAISON ENTRE L'OBSERVATION AU MEB ET OBSERVATION AU MICROSCOPE OPTIQUE

L'observation au MEB : Elle est faite sur des microstructures en 3D , plus proche de la réalité , ce qui lui permet de distinguer très facilement les phases minérales existantes , et de déterminer les éléments dont la taille peut atteindre quelque nm .Elle permet aussi bien de visualiser les différentes étapes de cristallisation des minéraux . dans le ciment, que de déterminer des phénomènes de dissolution et la décomposition des matières organiques.

Grâce au micro analyseur associé au MEB ,elle permet de faire une étude minéralogique des échantillons c'est à dire de déterminer les éléments en trace et la composition chimique des minéraux existants.

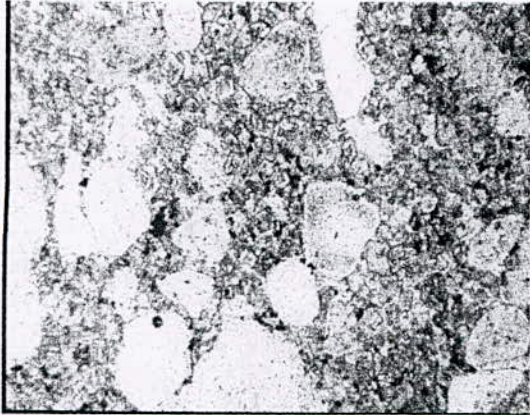
L'observation au microscope optique : Elle est faite sur lame mince en 2D , et permet de déterminer le granulométrie des éléments, la texture des différentes phases minérales, la nature des grains, le ciment , la matrice et la couleur des éléments Elle permet aussi de distinguer les étapes de transformation diagenétique comme la dolomitisation ou silicification grâce aux observations des limites entre les phases

Cette observation nous donne des résultats moins précis que l'observation au MEB à cause de son faible grossissement qui ne dépasse pas 100 et les phénomènes qui sont produits par le passage de la lumière naturelle à la lumière polarisée (couleur, structure) ,l'observation du relief peuvent être difficilement discernables les uns des autres ce qui ne permet pas de bien visualiser les phases minérales existantes, pour cela, il faut faire plusieurs lames minces pour distinguer les phases minérales dans plusieurs plans différents par exemple.

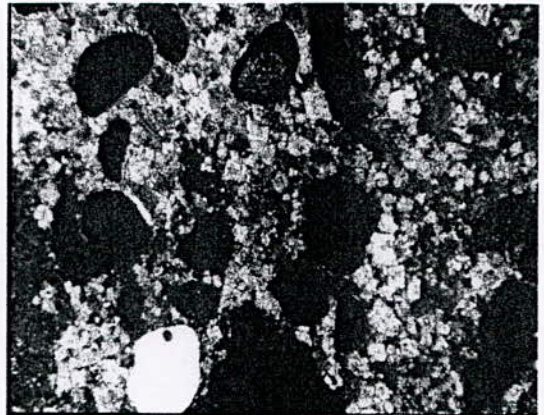
A cause des différents niveaux d'observations les résultats obtenus restent complémentaires de ceux du MEB , pour comprendre les phénomènes et distinguer les relations entre les phases minérales. C'est pourquoi les deux observations au microscope optique et au MEB sont nécessaires pour mieux comprendre et tenter de reconstituer au mieux le mode de formation des phases minérales dans un milieu donné.

Planches photographiques

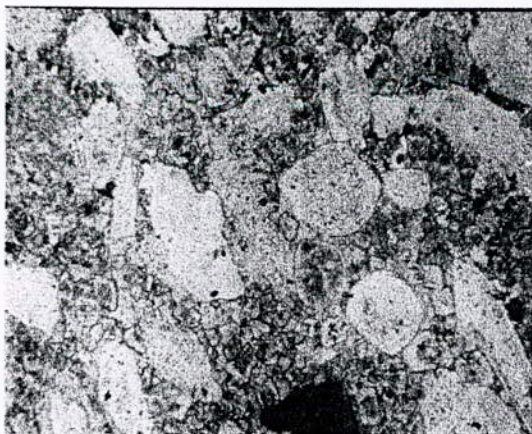
au microscope optique.



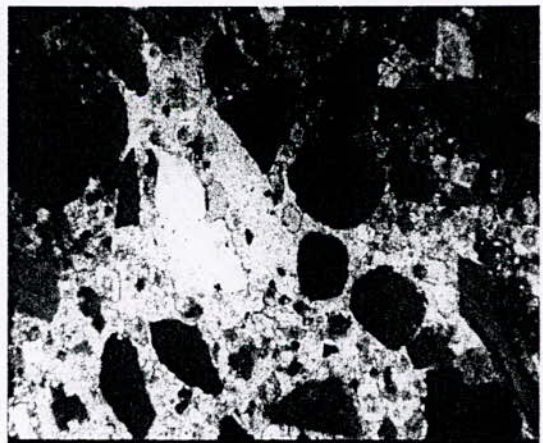
1-82-108*06 : LN rhomboèdre de dolomite et
dolomitisation de phosphate



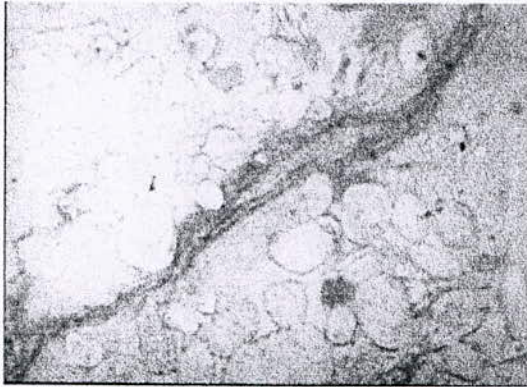
2-82-108*06 : LP ciment carbonatée ,
phosphates et glauconie



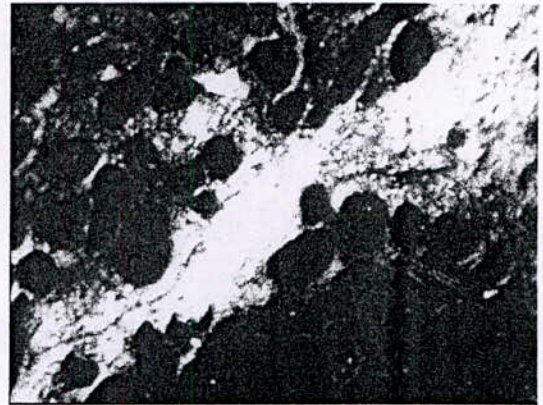
3-82-108*06 : LN dolomitisation des
grains phosphatés



4-82-108*06 : LP calcite poecilitique ,
fragments osseux claires et quartz



5-82-65*06 : LN argile en forme
fluidale (matrice)



6-82-65*06 : LP ciment siliceux et grains
phosphatiés



7-82-109*06 : LN relique de phosphate non calcitisée

CHAPITRE 7

Observation en rétro diffusion et en cathodo luminescence.

RETRODIFFUSION ET CATHODO-LUMINESCENCE

1-RETRODIFFUSION :

Planches I à II

Les photographies produites par détection des électrons rétro diffusés au MEB, montrent un contraste qui est lié à la composition chimique, il est plus détaillé. On peut distinguer les différentes phases minérales présentées dans l'échantillon dans une seule photographie.

Par exemple : parmi les photos prise par rétro diffusion dans l'échantillon 82-72 on a :

- CHA01 : les grains de phosphate sont plus clairs entourés par un ciment siliceux.(ph.5)
- CHA02 : les grains de phosphate sont plus clairs ce qui indique que la teneur en calcium est plus élevée ; on observe en plus l'opale en bordure des grains(moins claire) et les feldspaths en remplissage des vides, plus clairs que l'opale, c'est un feldspath calcique(ph.3).
- CHA04 : grains de phosphate calcique clair et quartz authigène moins clair (même contraste dans la photo 3)(ph.6).
- CHA07 : grains de phosphate clair dans un ciment siliceux, passage entre matière siliceuse (opale) et matrice silico -argileuse(ph.7).

Des photos du même type ont été faites aussi dans les échantillons 82-97 , 82-93, 82-83 et 82-86 par rétro diffusion.

Ces phases minérales se présentent par le jeu de différents contrastes provoqués par le fait que les électrons rétro diffusés sont produits par une collision inélastique entre l'électron incident et l'électron de l'atome, c'est à dire sans perte d'énergie, proportionnellement au nombre des électrons dans l'atome.

C'est à dire plus l'atome est lourd plus la force de répulsion entre l'électron incident et le nuage électronique de l'atome est grande ; moins il y a de perte d'énergie plus on voit dans la photo des phases claires.

2-CATHODO-LUMINESCENCE :

Planche I

La cathodo- luminescence d'un minéral s'observe en lame mince avec un microscope photonique ou avec un MEB.

Elle se caractérise par sa couleur et/ou par l'intensité lumineuse des différentes longueurs d'onde qui la composent (spectre lumineux)

Elle révèle souvent des zones de croissance dues à très faibles variations de teneurs en éléments traces.

On a fait des photos par cathodo –luminescence de l'échantillon 82-72 (CHA10 jusqu'à 13), mais on n'a pas obtenu des colorations mais des taches plus claires et des phases moins claires (CHA10 ,ph.2), les grains de phosphate sont noirs et l'opale n'apparaît pas (CHA 11,ph.1).

3-OBSERVATION AU MET :

On a observé des photos de l'échantillon 82-72(CHAD34*50, CHAD28*850 et CHAD29*330) au microscope électronique à transmission, mais les résultats sont décevants. Ceci est du à un mauvais choix des phases observées qui n'a rien donné, des lames de mauvaise qualité et une séance trop réduite de quatre heures. Les analyses obtenues ne sont pas statistiquement représentatives de phases étudiées puisque le but était d'obtenir des analyses chimiques en nombre suffisant pour calculer des formules structurales des phases minérales authigènes.

L'étude au MET, si elle avait été mieux préparée aurait permis d'obtenir des analyses fines des différentes phases minérales afin de procéder au calcul de leurs formules structurales statistiquement représentatives, puisqu'elles auraient été le résultat de plusieurs dizaines d'analyses chimiques de tous les éléments concernés .

A défaut, nous avons procédé au calcul des formules structurales de la smectite et de l'apatite à partir d'une méthode (BURNS R.G.,1979) qui tient compte des analyses effectuées sur des échantillons correspondant à des niveaux précis, dans la série du djebel Onk .

3-1-Calcul de la formule structurale :

3-1-1-Formule structurale de la smectite :

Les argiles sont caractérisées par la superposition de feuillets composés de couche tétraédriques (CT de $\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH}_2)^{6-}$) et de couches octaédriques (CO), de brucite $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ou de gibbsite $\text{Al}(\text{OH})_3$.Les feuillets sont de type CT- CO ou CT -CO-CT et entre eux se placent divers cations K, Na, Ca .(A.FOUCAULT, 1984)

La smectite du Djebel Onk est l'un de ces minéraux argileux, c'est un silicate alumino ferrifère et potassique .

Les analyses chimiques ont été réalisées au centre de sédimentologie et de géochimie de la surface de Strasbourg, sur une fraction argileuse $<2\mu\text{m}$, dont les résultats sont dans le tableau 1.

A l'aide de ce tableau ,on calcule la formule structurale de la smectite (BURNS R.G.,1979), en prenant en considération la formule chimique de base des charges tétraédriques (CT) ,des charges octaédriques (CO) et la charge supérieure de la couche inter foliaire qui est de 0.6.

Formation	Echantillon	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O
CHOUABINE	82-82	52.84	0.89	14.25	8.77	2.8	1.37	0.17	3.91
	82-71	54.04	0.19	13.12	6.53	4.79	2.03	0.19	0.86
	82-60	59.92	0.75	16.25	6.61	4.81	0.58	0.06	0.89
	82-50	57.1	0.82	14.18	6.06	3.09	0.94	0.18	1.35
	82-168	47.56	0.88	15.35	6.64	5.7	2.33	0.24	1.69
	82-167	59.79	0.64	15.14	6.17	5.49	1.75	0.44	1.34
	82-163	61.82	0.55	17.84	6.43	2.78	1.03	0.53	1.36
	Moyenne	56.15	0.67	15.16	6.74	4.21	1.43	0.26	1.63

Tableau 1: analyses chimiques de la fraction argileuse inférieure à 2µm

La couche tétraédrique de la smectite est composée de Si et Al

La couche octaédrique de la smectite est composée de Al, Fe, Mg et Ti

La couche inter foliaire de la smectite est composée de Ca, K et Na

	Eléments	%P ⁽¹⁾	MA ⁽²⁾	Moles ⁽³⁾	Recal moles ⁽⁴⁾
Couche tétraédrique	SiO ₂	56.15	60.083	0.9345	3.03
	Al ₂ O ₃	15.16	51	0.2972	0.97
Total :				1.2317	
Couche octaédrique	Al ₂ O ₃	15.16	51	0.2972	1.2
	Fe ₂ O ₃	6.74	79.84	0.0844	0.34
	TiO ₂	0.67	79.9	0.0084	0.034
	MgO	4.21	40.31	0.1044	0.422
Total :				0.4944	
Couche inter foliaire	CaO	1.43	56.08	0.0255	0.18
	Na ₂ O	0.26	47.102	0.0055	0.04
	K ₂ O	1.63	30.99	0.0526	0.37
Total :				0.0836	

(1) %P: pourcentage de poids(à partir du tab1)

(2) MA :Masse atomique pour un atome plus équivalent oxygène

(3) Moles : nombre de moles égale %P/MA

(4) Recal moles : nombre de moles recalculées : -pour la CT :nombre de Moles*
4/total

-pour la CO : nombre de

Moles*2/total

-pour IF :nombre de

moles*0.6/total

donc la formule structurale est :



3-1-2-Formule structurale de l'apatite:

L'apatite du Djebel Onk a été caractérisée par diffractométrie des rayons X, comme étant une carbonate- fluor – apatite avec une teneur moyenne de CO₂ de 5.8% et de fluor de 6%.

Les analyses chimiques ont été effectuées par spectrométrie d'émission à arc avec quantomètre« SOFICA », afin de doser les éléments majeurs (CaO , MgO , Na₂O , P₂O₅) .

Les éléments mineurs comme le F, le Cl et le S mis en évidence dans quelques grains phosphatés sont étudiés par fluorescence X au MEB. Le fluor a été dosé sur 8 échantillons à l'université de Paris 6(Jussieu)

Le Cl et le S n'ayant pas été dosés chimiquement, nous ne pouvons pas proposer une formule structurale précise. On peut cependant confirmer comme cela a été dit par CHABOU-MOSTEFAI ,1987,1998, que l'apatite du Djebel Onk est une carbonate-apatite fluorée et chlorée (avec quelques traces de soufre).

Si on considère le chlore (Cl) et le soufre (S) à l'état de trace, on peut tenter de calculer la formule structurale de l'apatite par la méthode utilisée pour les smectites (BURNS R.G.,1979).

A l'aide du tableau 3 on calcule la formule structurale de l'apatite , en prenant comme formule de base , la formule chimique Ca₁₀(PO₄)₆F₂ (FOUCAULT A. ,1984)

Formation	Echantillon	CaO	MgO	Na ₂ O	P ₂ O ₅	CO ₂	F
CHOUABINE	82-285	50.1	2.34	0.89	27.6		
	82-281	47.1	2.29	0.92	27.2		
	82-275	48.7	1.82	1.05	25.9		
	82-99	47.3	1.05	0.89	26.6		
	82-97	47.1	1.51	0.76	28.0		
	82-93	35.6	2.26	0.81	20.5		
	82-68	43.6	0.8	1.04	27.3		
	82-64	36.8	0.46	0.75	22.00		
	Moyenne	44.54	1.57	0.89	25.64	5.8	6

Suivant la formule chimique de base de l'apatite, on a 10 cations de Ca , 6 anions de PO₄³⁻ et 2 anions de F .

Mg et Na entrent en substitution avec Ca.
CO₂ et F entrent en substitution avec PO₄³⁻ mais le nombre de cations et d' anions reste le même.

	Eléments	%P ⁽¹⁾	MA ⁽²⁾	Moles ⁽³⁾	Recal moles ⁽⁴⁾
	CaO	44.54	56.08	0.7942	9.22
	MgO	1.57	40.31	0.0389	0.45
	Na ₂ O	0.89	30.99	0.0287	0.33
			Total:	0.8618	
	P ₂ O ₅	25.64	70.97	0.3612	2.68
	CO ₂	5.8	44.01	0.1318	0.98
	F	6	19	0.3158	2.34
			Total:	0.8088	

(1) %P: pourcentage de poids(à partir du tab2)

(2) MA :Masse atomique pour un atome plus équivalent oxygène

(3) Moles : nombre de moles égale %P/MA

(4) Recal moles : nombre de moles recalculées :

-pour les cations:nombre de Moles*

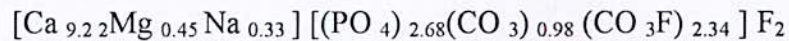
10/total

-pour les anions : nombre de

Moles*6/total

-pour le fluor : égale à 2

Donc, la formule structurale de l'apatite est :



Le calcul des formules structurales est présenté dans ce travail comme une conséquence logique d'une étude menée au MET afin de montrer les applications de ces moyens d'observation et d'analyse.

4-CARTE DE REPARTITION DES PHASES MINERALES :

Cette carte est faite par micro analyseur à sonde électrique associée au MEB.

Elle montre la répartition de l'élément choisi (selon la longueur d'onde étalonnée par le spectrographe).Chaque élément présent pourra ainsi donner une image.

La comparaison de la série d'images ainsi obtenues sur une même plage, fournit de précieuses informations sur les diverses phases.

On a fait des cartes de répartition des phases minérales sur les échantillons 82-72, 82-55 à propos des photos CHAD39, CHAD20, CHAD40 et CHAD45

Pour la photo CHAD20 on a obtenu les éléments suivants : présence de Ca à teneur élevée dans les grains de phosphate et un peu dans le ciment, présence de Fe au Sud et au centre de la photo, présence de P dans les grains de phosphate en quantité moins grande que Ca, présence de Si dans le ciment, présence de K au Nord Est, présence

d'Al à l'état de trace dans le ciment, présence de soufre surtout au Nord Ouest dans les grains phosphatés.

Pour la photo CHAD39 : présence d'Al dans de petits grains anguleux dans le vide, présence de Ca dans les grains de phosphate, présence de Fe et K entre les grains phosphatés, présence de P dans les grains phosphatés et entre les grains, présence de S dans les grains et entre les grains en petite quantité, présence de Si entre les grains, au centre et dans des grains sub-anguleux dans le vide de la lame (à la suite d'arrachement lors de sa confection)

Ceci souligne la présence de grains de phosphates synchrones de phosphates dans le liant constituant la matrice.

Pour la photo CHAD40 : présence d'Al dans le ciment en grande quantité, présence de Ca dans les grains de phosphate et un peu dans le ciment, présence de Cl dans les grains de phosphate à l'état de trace, présence de Fe, Mg, Si dans le ciment, présence de K dans le ciment et dans de petits grains dans le ciment, présence de P dans les grains phosphatés, présence de S en quantité plus grande que le Cl.

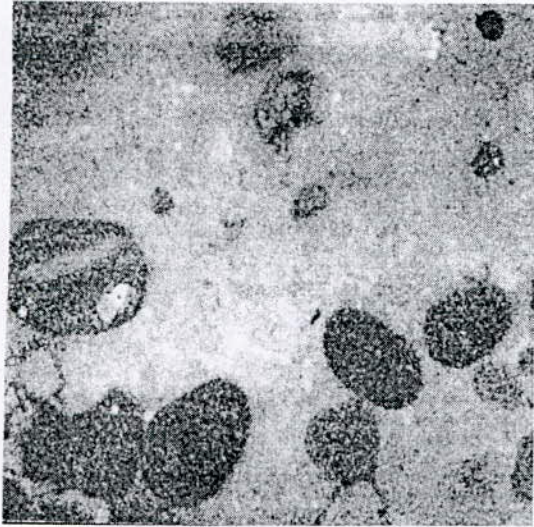
Pour la photo CHAD45 : présence d'Al, Ca, K dans de petits grains, P au Nord Ouest dans un grain de phosphate, et Si en grande quantité.

5-CONCLUSION :

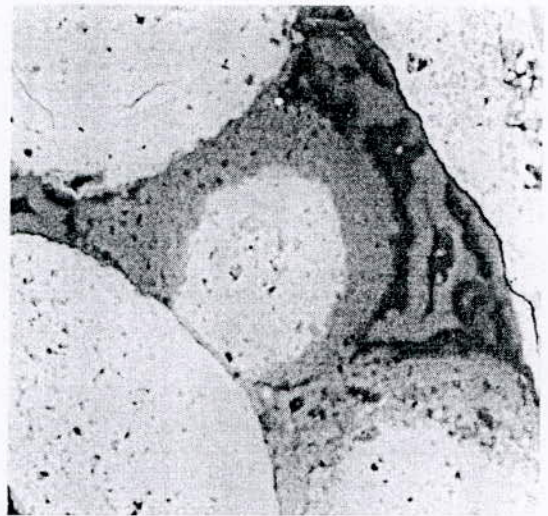
La rétro diffusion permet de montrer les limites entre les différentes phases minérales et de ce fait vient compléter les observations aux microscopes.

La cathodo luminescence a montré ses limites face au matériel considéré aussi bien en microscopie optique effectuée lors de stages à l'université de Paris 6 par Mme CHABOU, que lors de cette prise de photos au MEB. L'apatite et l'opale en principe répondent très bien mais pas dans ce matériel sédimentaire et authigène, semble-t-il. La carte de répartition des phases minérales apporte des précisions quant aux phases en présence et surtout elle permet de préciser la présence de matrice phosphatée et argileuse.

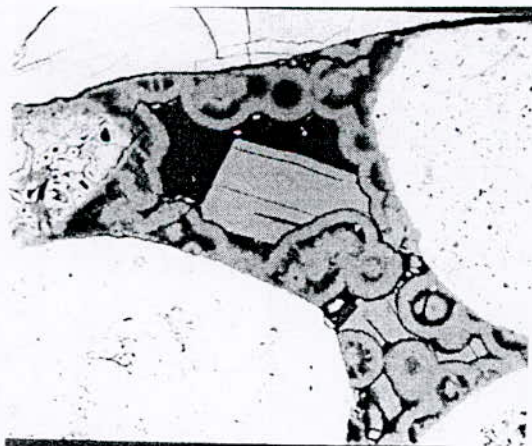
Planches
photographiques
en rétrodiffusion et cathodoluminescence



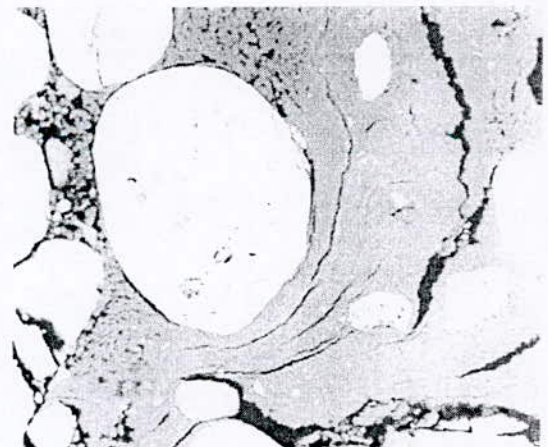
1-CHA11 les grains de phosphate en noir
(passage au silice)



2-CHA10 les grains de phosphate claires
et la silice en forme fluidale (passage au
phosphate)



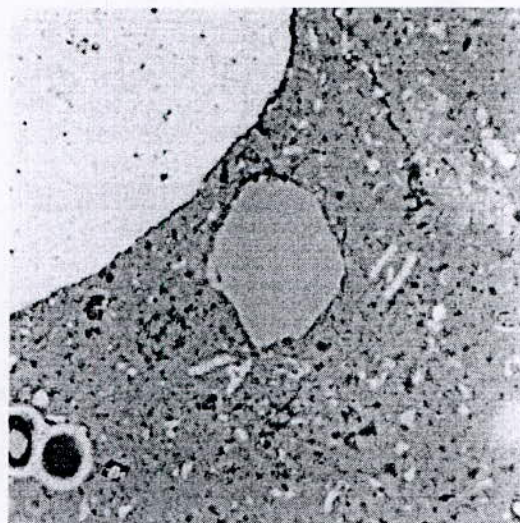
3-CHA02 : grains de phosphate, opale et
et feldspath calcique en
remplissage des vides



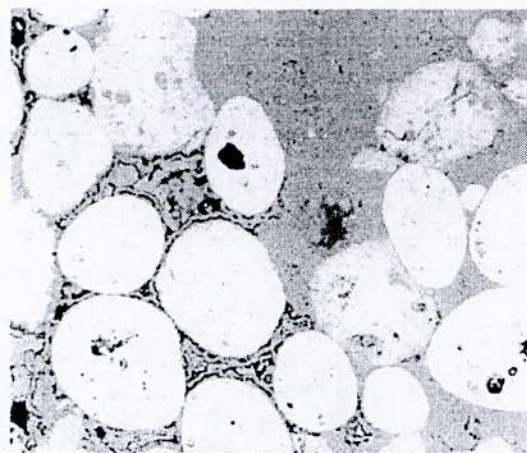
4-CHA 40 : grains de phosphate et
ciment siliceux qui l'entour



5-CHA01 : les grains de phosphate avec un ciment siliceux



6-CHA04 : phosphate calcique et quartz authigène



7-CHA07 : phosphate et ciment siliceux

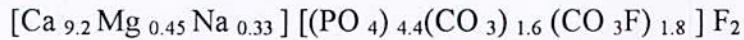
CONCLUSION
GENERALE.

La microscopie optique, le MEB et le MET ont permis de nous représenter les phases minérales en présence, les cristaux et microorganismes.

La micro analyse a aidé à mettre un nom sur des phases se présentant en filaments et en lattes de façon indiscutable.

On peut dire que l'observation au MEB des échantillons de phosphates autochtones a montré les phases décrites antérieurement à savoir :

1 - une fluor carbonate apatite chlorée et soufrée avec pour formule structurale :



2 - la silice sous forme d'opale en sphère avec des bactéries, des bacilles et des traces de virus ;

3 - la silice sous forme de quartz authigène rare mais présente ;

4- des smectites en lattes s'enchevêtrant pour former des sphères entourées de silice : ce sont des argiles ferrifères magnésiennes dont la formule structurale calculée donne :



5- la clinoptilolite (en remplissage des vides) ;

6- les feldspaths potassiques, calco - sodiques et sodiques (en remplissage des vides et entourant les sphères d'argiles et d'opale CT).

7- du gypse très rare dans le liant.

Concernant la néoformation, la chronologie semble la suivante pour les différentes phases concernées on a du plus vieux au plus récent :

1- phosphate puis opale puis feldspath

2- argile puis opale

3- opale puis argile

4- opale et calcédoine

On remarque que la silice est présente en plusieurs phases chronologiquement .

Les observations se font dans le liant entre les grains, l'opale en bordure des vides macro (au microscope optique) et la calcédoine en remplissage du centre

Elles se font aussi dans les sphères d'opale (micro au MEB) l'opale constituant l'enveloppe de la sphère et le cœur de la sphère lui est parfois en calcédoine.

Pour l'argile : des filaments d'argiles qui s'enchevêtrent et semblent constitués de lattes, le tout prenant une allure sphérique, ces sphères en formation sont des argiles. Il semble que la sphère un peu plus évoluée soit recouverte d'opale (de silice) en tout cas d'après la microanalyse.

On observe aussi des feuilletts de silice recouvrant les feldspaths en fine pellicule.

Ceci va dans le même sens : des phases minérales riches en silice qui recouvrent feldspaths et argiles, indifféremment.

BIBLIOGRAPHIE

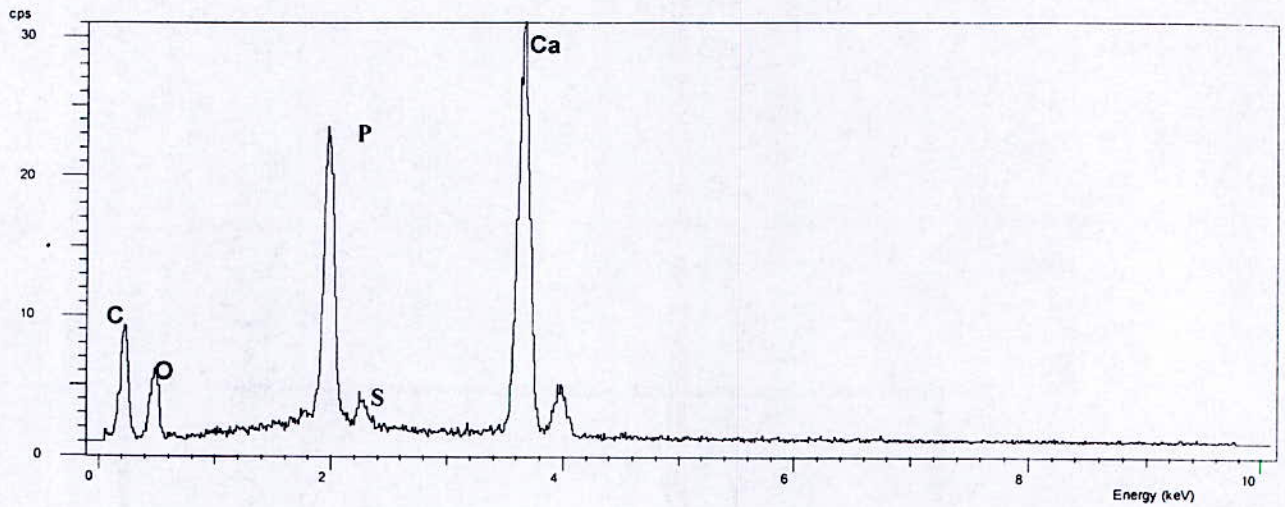
- AUBOUIN .J;BROUSSE .R;LEHMAN. J.P. « Précis de géologie .1 », Dunod- Paris 1975, 241-282.
- BARRALIS .J;MAEDER .G. « Précis de métallurgie », Afnor ; Nathan- Paris 1997, 167p.
- BENARD. A. « Métallurgie générale », Dunod- Paris 1984, 599-602, 596-597.
- CAROZZI .A. « Pétrographie des roches sédimentaires », Dunod- Paris 1953, 24, 187p.
- CHABOU-MOSTEFAI .S. « Etude de la série phosphatée tertiaire du Djebel Onk (Algérie) ». Thèse pour obtenir le grade de docteur 1987
- EBERHART .J .P. « Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides », Doin Editeurs- Paris6 ,1976, 252-305, 379-407, 408-469.
- FOUCAULT. A;RAOULT .J.F. « Dictionnaire de géologie », Masson- Paris 1984,347p.
- GULBRANDSEN.R.A ;MANHEIM.F.T « Marine minerals », Mineralogical Society of Amireca 1979, 241-282p.
- INTERNET : <http://www.esmp.fr>
www.onera.fr/microscope/news.htm
<http://geosciences.géol.u-psud.fr/liens/cours etdiv.html>
www.webmineral.com
<http://www.ucmp.berkeley.edu/people/klf/current-project.htm>
<http://semgallery.free.fr>
- JUNG .J. « Précis de pétrographie », Masson- Paris6, 1963, 17, 31p.
- LOCQUIN. M; LONGERON .M. « Manuel de microscopie », Masson-1978, 97-101.
- MARTIN. J.L;AMAND. G. « Caractérisation expérimentale des matériaux 2 », Presses Polytechniques et Universitaires Ramandes-CH-1015 Lausanne 1998
- PARFENOFF. A. « Les minéraux en grains », Paris 1970, 106-111, 151, 199,203p.
- PIERRE .S. « Le Microscope électronique », PUR – Paris 1963
- ROUBAULT. M. « Détermination des minéraux des roches au microscope polarisant ». Lamarre Poinat- Paris 1963, 42-49, 106, 111, 113p.
- Techniques de l'ingénieur. « Traité de métallurgie », M90

ANNEXES

Initiation à la microscopie électronique et photonique par l'étude d'échantillons de la série phosphatée du djebel Onk.
Annexe

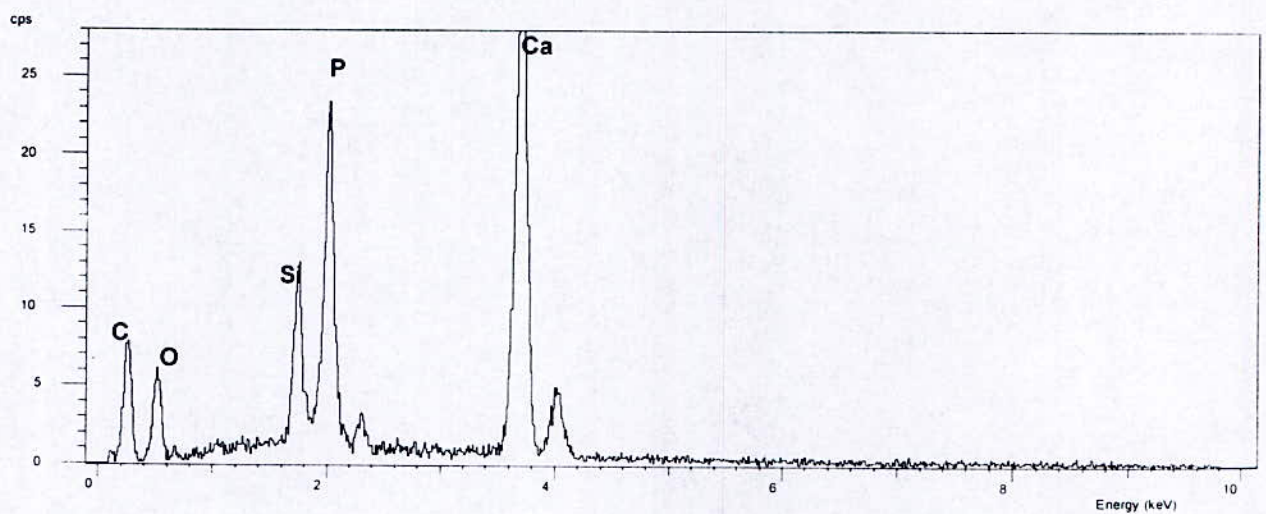
ANNEXE 1

SPECTRE 1 :



prédominance de Ca et P et S, donc il y a présence d'une carbonate apatite soufrée

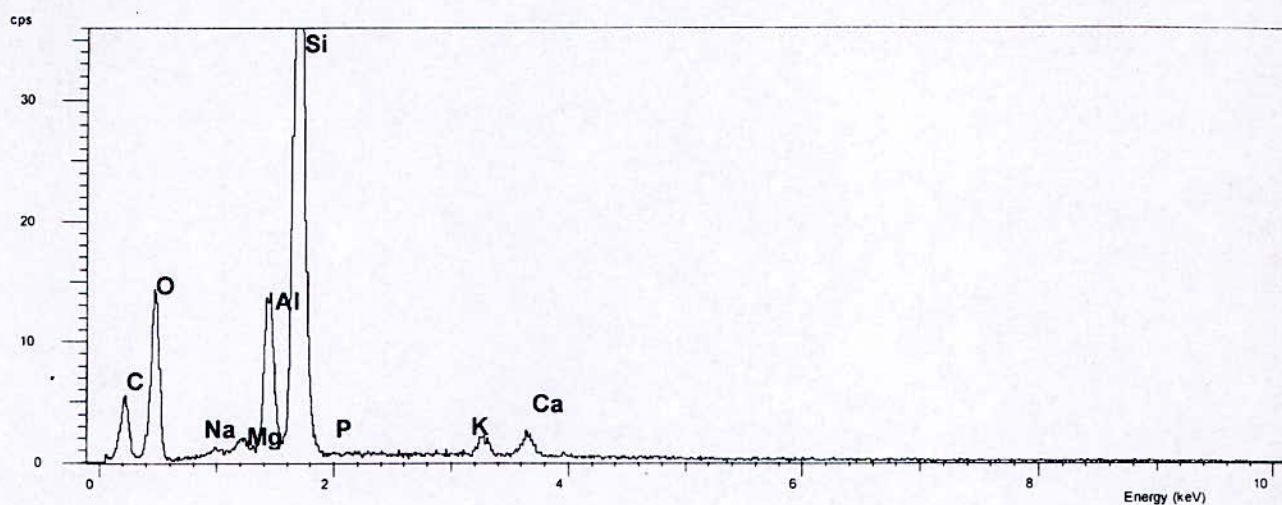
SPECTRE 2



Prédominance de Ca et P, donc il y a présence d'une carbonate apatite, le carbone étant bien représenté.

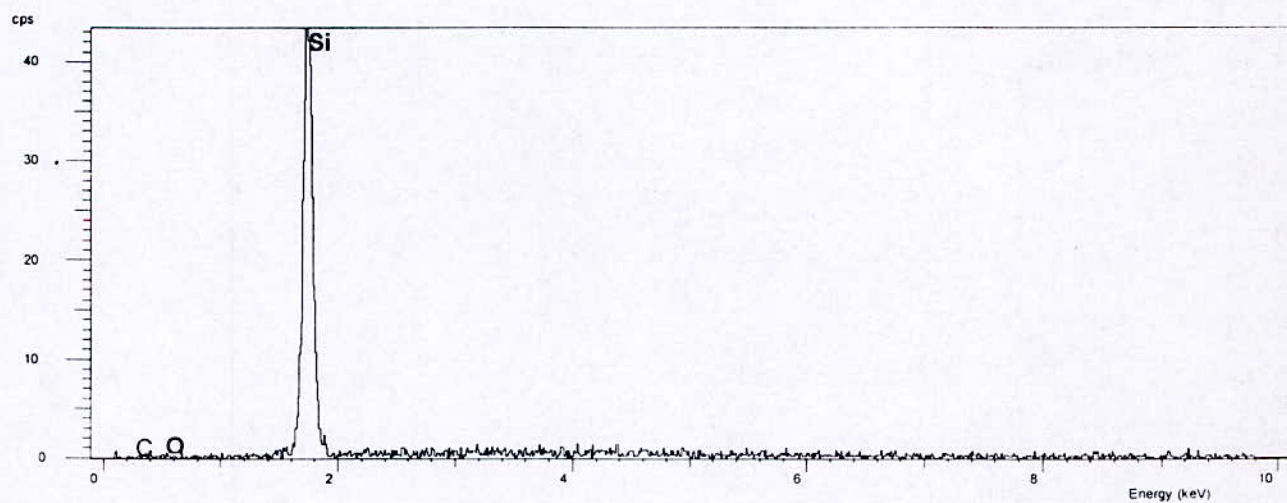
Initiation à la microscopie électronique et photonique par l'étude d'échantillons de la série phosphatée du djebel Onk.
Annexe

SPECTRE 3



Silicate d'alumine calcique avec un peu de sodium et de potassium. C'est du feldspath calco- sodique et potassique, peut être de la clinoptilolite (zéolite).

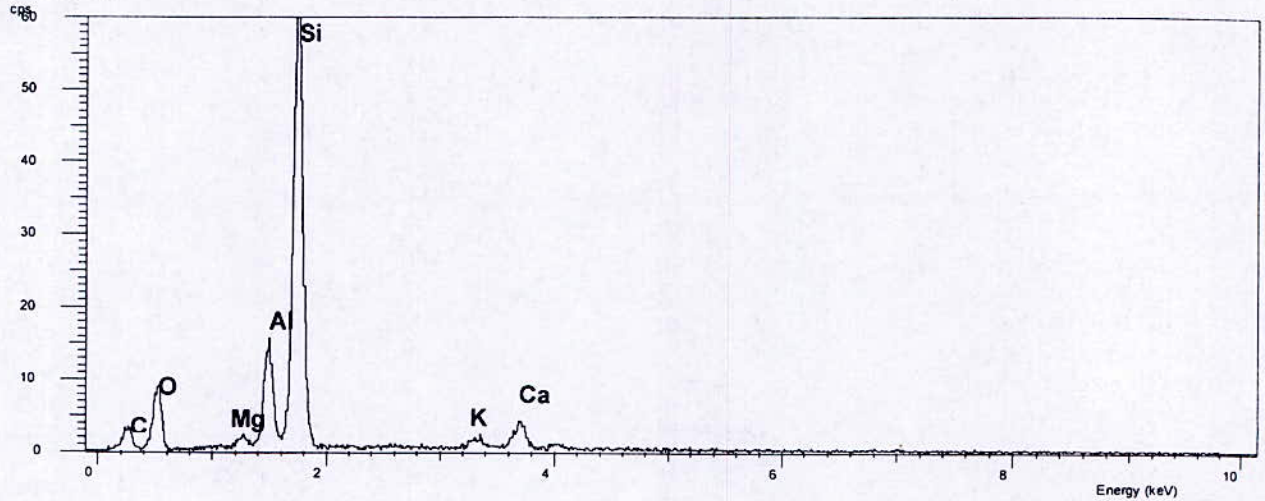
SPECTRE 4



il y a prédominance de la silice, le carbone est à l'état de trace ce qui prouve qu'il n'y a pas de matière organique

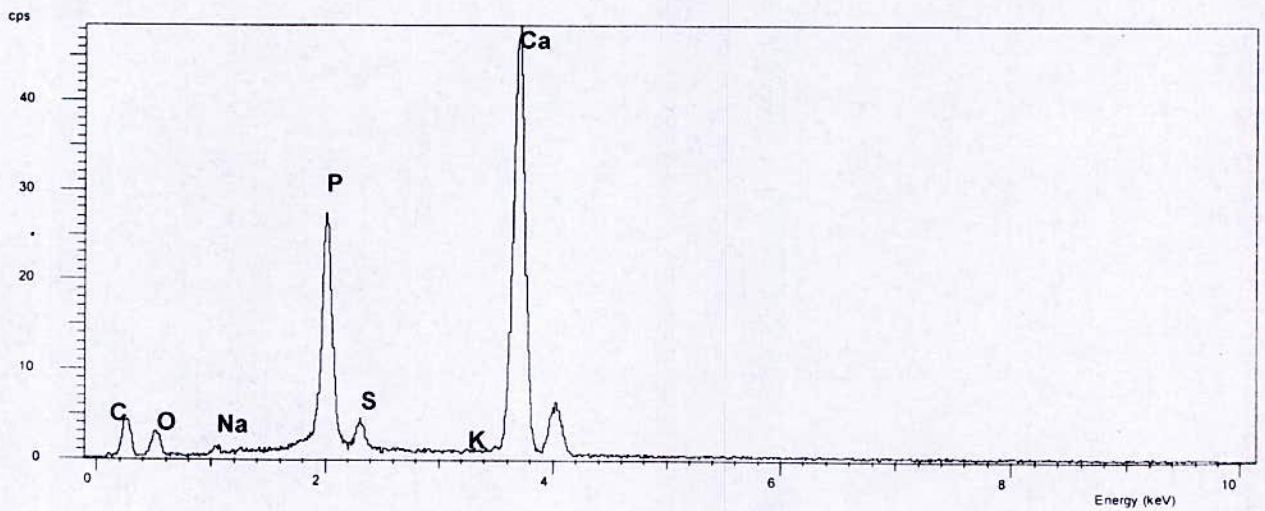
Initiation à la microscopie électronique et photonique par l'étude d'échantillons de la série phosphatée du djebel Onk.
Annexe

SPECTRE 5



Si et Al dominant avec une proportion faible de Mg ,argile magnésienne
le Ca est présent ce qui montre que la chrysophycée est calcique

SPECTRE 6

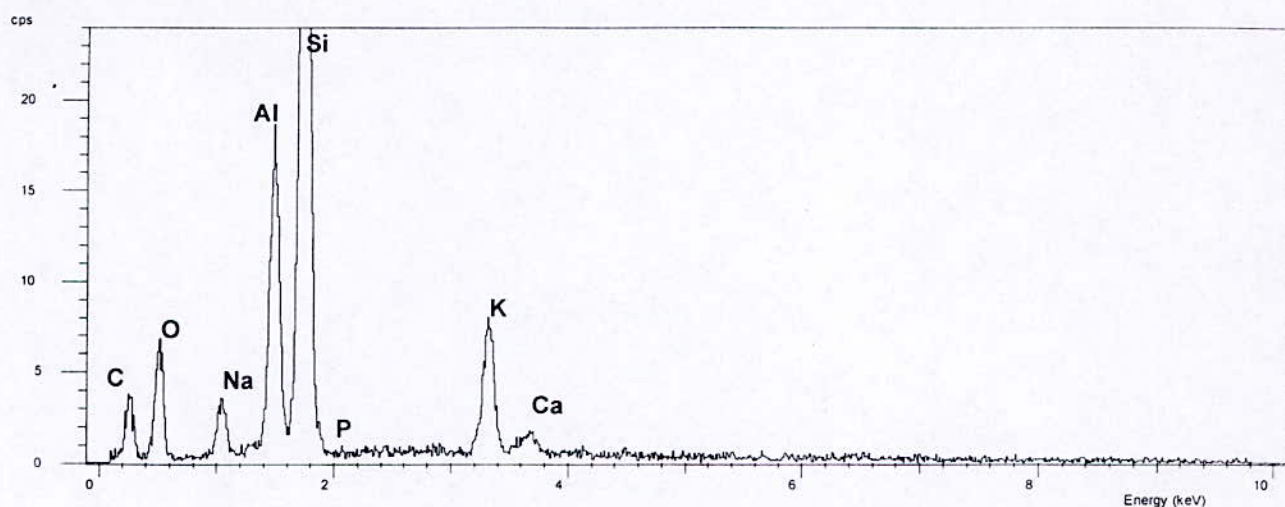


prédominance de Ca et P et S, donc il y a présence d'une carbonate apatite soufrée

Initiation à la microscopie électronique et photonique par l'étude d'échantillons de la série phosphatée du djebel Onk.

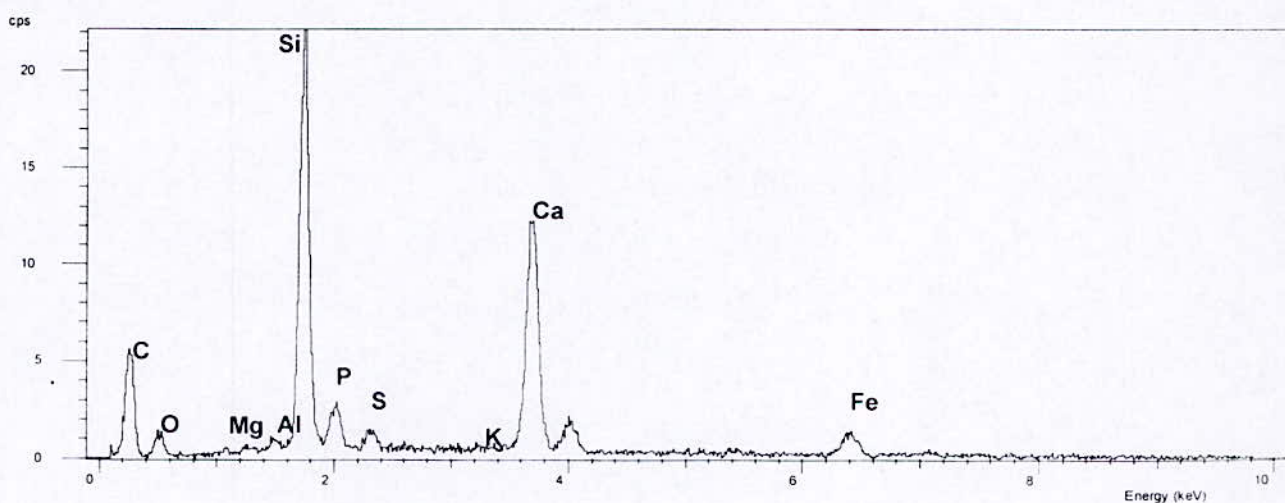
Annexe

SPECTRE 7



on voit un aluminosilicate potassique et calcique (les rapports Al/Si, K/Si, Ca/Si sont grands par rapport à Si), c'est la clinoptilolite : le spectre est identique au spectre de la clinoptilolite (CHABOU-MOSTEFAI, 1987) et il y a prédominance des éléments Ca, K, Na en même temps, et la quantité de silice est moins faible que dans les feldspaths (voir description des éléments) donc il ne correspond pas au feldspath.

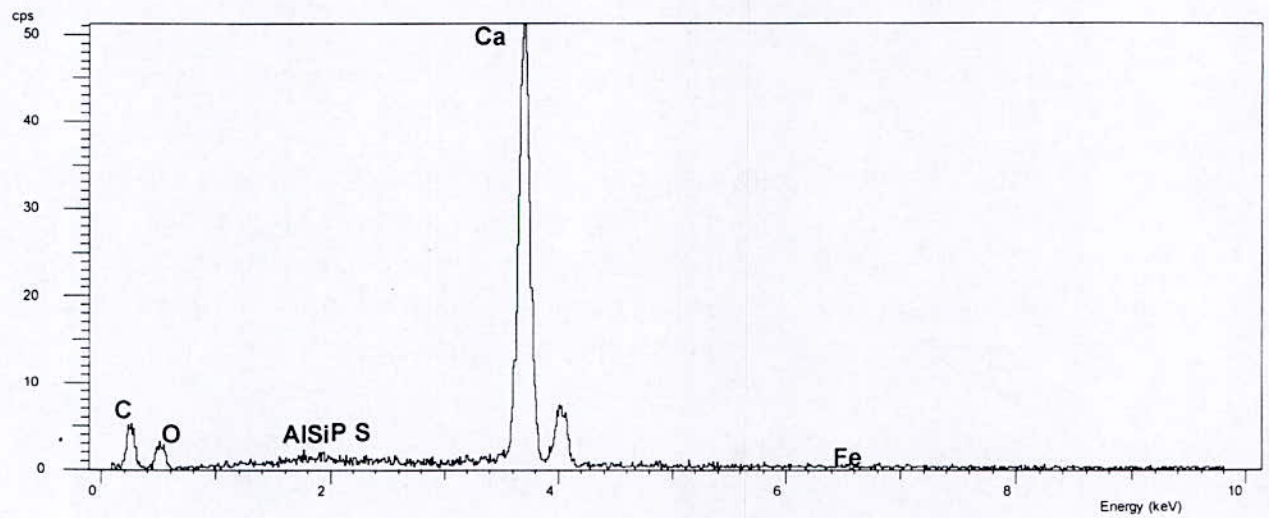
SPECTRE 8



les Al et Fe et K sont présente, et il y a prédominance de Ca et P et S ce qui prouve qu'il y a un argile aluminosilicaté ferrifère et potassique (smectite) + l'apatite + des traces de gypse (prédominance de S).

Initiation à la microscopie électronique et photonique par l'étude d'échantillons de la série phosphatée du djebel Onk.
Annexe

SPECTRE 9



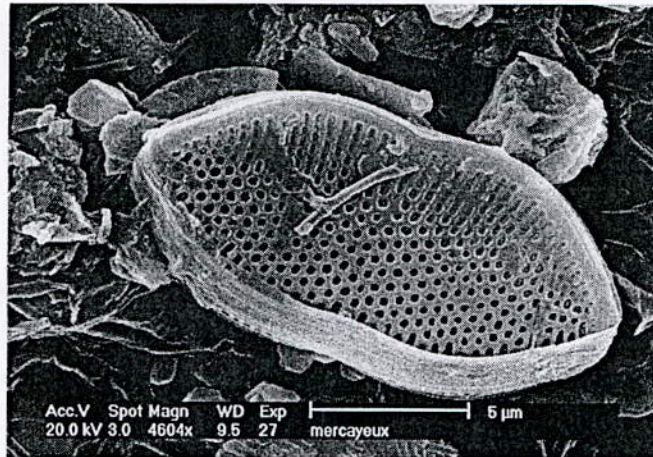
Présence de P , donc il y a présence de l' apatite en état de trace

Initiation à la microscopie électronique et photonique par l'étude d'échantillons de la série phosphatée du djebel Onk.

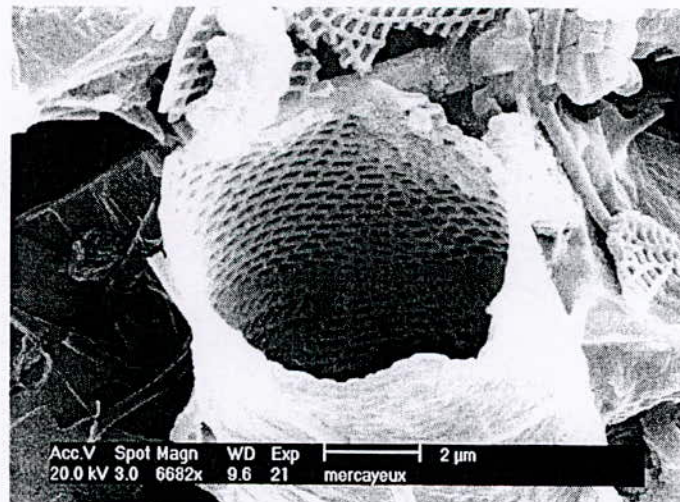
Annexe

ANNEXE 2

1-Photo 1 : échelle 5µm

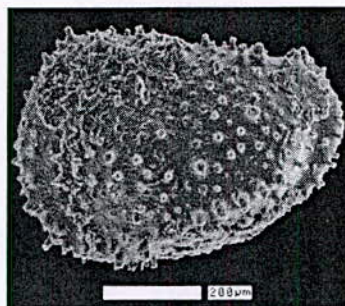


2- Photo 2 : échelle 2µm



Initiation à la microscopie électronique et photonique par l'étude d'échantillons de la série phosphatée du djebel Onk.
Annexe

3-Photo 3 :-ostracode de 100 à 200um



4-Photo 4 : foraminifère de 100 à 200um

