

1. Mandat

Étudier la minéralogie des sulfures dans plusieurs échantillons issus de traitement passifs en colonne avec des bactéries sulfato-réductrices (BSR).

2. Matériel

D'après les informations du client, le mélange réactif utilisé dans les réacteurs colonnes contient des matériaux inorganiques (sable, sédiment de rivière) et organiques (copeaux et sciure de bois d'érable, compost de feuilles et fumier de volaille).

La précipitation des sulfures se ferait sur l'ensemble du solide puisque c'est un phénomène physique qui fait suite à une réaction chimique entre les métaux dissous et le sulfure d'hydrogène généré par les BSR.

Les échantillons envoyés pour caractérisation ont été prélevés tels quels par le client, c'est-à-dire le solide tout-venant (organique et inorganique) collecté à la fin de l'opération des colonnes. À la connaissance du client, il se peut que dans un échantillon, « les sulfures se retrouvent sur un petit morceau de bois, tandis que sur un autre on puisse trouver plus des sulfures sur une petite pierre. » Seize échantillons ont été reçus pour analyses chimiques, le tableau 1 synthétise les analyses chimiques majeures qui ont orienté le choix des échantillons analysés par microscopie électronique à balayage.

Tableau 1 : Analyses chimiques majeures des échantillons envoyés pour caractérisation

Référence URSTM	Identification du client	S _{total}	Fe	Cu	Zn	Ni	Cd	Ca
#U4132	Gravier haut colonne #1	0.091	4.74	0.001	0.012	0.031	0.002	2.61
#U4125	Gravier bas colonne #1	0.086	4.69	0.002	0.012	0.032	0.000	2.79
#U4137	1ère tranche bas col #1	1.08	3.29	0.003	0.010	0.002	0.000	3.17
#U4139	1ère tranche haut = 4ième tranche bas col #1	0.987	2.50	0.004	0.678	0.423	0.396	2.66
#U4126	Gravier haut colonne #2	0.108	4.52	0.002	0.022	0.039	0.019	2.67
#U4131	Gravier bas colonne #2	0.092	4.48	0.002	0.011	0.038	0.000	2.76
#U4138	1ère tranche bas col #2	0.934	3.13	0.002	0.009	0.003	0.000	3.10
#U4124	1ère tranche haut = 4ième tranche bas (col#2)	0.967	2.22	0.003	0.577	0.273	0.529	3.50
#U4128	Gravier haut colonne #3	0.111	4.59	0.001	0.018	0.032	0.013	2.79
#U4130	Gravier bas colonne #3	0.089	4.67	0.001	0.012	0.031	0.000	2.89
#U4136	1ère tranche bas col #3	1.21	3.07	0.002	0.009	0.002	0.000	3.18
#U4133	1ère tranche haut = 4ième tranche bas col #3	0.314	2.32	0.001	0.099	0.025	0.188	1.46
#U4127	Gravier haut colonne #4	0.102	5.16	0.001	0.013	0.034	0.000	2.72
#U4129	Gravier bas colonne #4	0.094	5.19	0.001	0.013	0.035	0.000	3.04
#U4135	1ère tranche bas col #4	1.08	2.93	0.002	0.010	0.002	0.000	3.52
#U4134	1ère tranche haut = 4ième tranche bas col #4	0.806	2.29	0.002	0.489	0.350	0.042	3.09

Il a été décidé en concertation avec le client d'analyser, dans une première phase, quatre échantillons sélectionnés selon les critères suivants : teneur élevée en soufre, teneur élevée en métaux et représentativité des deux conditions expérimentales (les colonnes 1 et 2 puis 3 et 4 sont des duplicats, à 7,3 jours et 10 jours respectivement). Les échantillons U4134, U4135, U4137 et U4139 ont ainsi été sélectionnés pour maximiser les chances d'observation de sulfures en microscopie électronique à balayage.

3. Méthode :

3.1. Préparation de la section polie

Le matériel est préalablement séché dans une étuve à 40 °C pendant 48 h, puis désaggloméré au rouleau et homogénéisé à la main avant ensachage. Une résine époxy avec un durcisseur Epoxycure[®], dans un rapport 5/1, de *Buehler Canada*, sont utilisés pour le montage en section. Une masse d'environ 2 à 4 grammes de matériel est déposée dans un support en plastique, puis recouverte du mélange durcisseur et résine époxy, avant d'être homogénéisée puis conditionnée sous vide pour retirer un maximum de bulles d'air. La surface d'analyse de la section est ensuite polie au moyen de papier diamanté, de suspension diamantée et de poudre d'alumine, de granulométrie décroissante, jusqu'à 0,02 µm. La surface des sections polies n'est pas recouverte de carbone car les observations sont faites en basse pression.

3.2. Analyse en microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB) utilisé est un modèle S-3500N à pression de vide variable de *Hitachi*; ce type de microscope est aussi connu sous le qualificatif de « microscope environnemental ». Un filament en tungstène est utilisé pour générer le faisceau d'électrons. Les paramètres d'observation sont les suivants : 20 kV de tension, environ 80 µA d'intensité de courant et une pression de vide de 25 kPa. La distance de travail est fixée à 15 mm. Le MEB est équipé, entre autres, d'un détecteur BSE à scintillation de *Robinson* et d'une platine porte-échantillon motorisée et automatisée. Il est aussi équipé d'un spectromètre des rayons X (EDS) de *Oxford Instruments*, permettant l'analyse des rayonnements X. Ce dernier est équipé avec un détecteur diode Si(Li). Il est installé avec un angle de détection des photons de 35°. Un système de microanalyse et de traitement des données de type Link ISIS series 300 permet d'analyser la composition chimique des échantillons.

Trois modes d'observations et d'analyses différents sont utilisés dans cette étude. On retrouve notamment :

- L'imagerie en électrons rétrodiffusés (BSE). Elle est très sensible à la densité chimique de l'échantillon. Ainsi, les minéraux porteurs d'éléments lourds comme l'As, le Pb, le Ni... apparaissent en blanc, les minéraux porteurs d'éléments légers comme le Si, Al, C ou O sont gris clair à foncé, la résine apparaît noire. La résolution latérale est de l'ordre du micromètre et de 3 μm en profondeur.
- L'analyse spectrale des émissions de rayons X aussi appelés photons X. Un échantillon excité par le faisceau d'électrons va émettre des photons X, dont l'énergie est dépendante du type d'élément de l'échantillon. L'abondance d'une énergie va représenter l'abondance de l'élément qui lui est relié. Ainsi, l'acquisition de spectres des nombres de photons X selon leur énergie apporte une information directe sur la composition chimique de l'échantillon. Les compositions élémentaires sont quantifiées avec la correction ZAF et des références minéralogiques internes au logiciel de microanalyse. Il est ainsi possible de quantifier la composition élémentaire d'une phase minérale ciblée. La résolution et la limite de détection de l'analyse chimique est d'environ 0,1 % massique. Les analyses C et O sont à prendre avec précaution car leur quantification n'est pas très représentative étant donné la difficulté de trouver des standards de qualité. De plus ce sont les éléments majoritaires de la résine époxy et des composés organiques, ils peuvent donc polluer l'analyse compte tenu de la profondeur d'investigation d'environ 5 μm de la poire d'analyse. Il est donc bien souvent difficile de différencier les sulfures des sulfates dans des particules dont la stœchiométrie n'est pas franche ou la cristallinité n'est pas discutable.
- La cartographie élémentaire ou imagerie élémentaire. Le spectromètre des rayons X permet aussi de cartographier les éléments individuellement pour obtenir ainsi une image de la distribution spatiale de chaque élément sélectionné. Des zones énergétiques prédéterminées (généralement 0,15 keV de largeur) par les outils de microanalyses servent à la cartographie des éléments sélectionnés par l'opérateur. Les intensités croissances des teintes de gris représente des teneurs croissances de l'élément cartographié (attention les comparaisons entre images sont risquées car les teintes de gris pour chaque image élémentaire sont normées à 255 pour la teinte maximale). Le tableau 2 synthétise certains des éléments cartographiés avec la raie énergétique utilisée ainsi que les interférences éventuelles avec d'autres éléments, compte tenu de la largeur de la zone énergétique. Cela signifie que l'image de l'élément cartographié peut contenir aussi en partie la distribution des éléments interférents. Cette pollution est souvent faible car elle apparaît généralement avec des raies secondaires d'éléments interférents, donc des raies de faibles intensités.

Tableau 2: Synthèse des raies élémentaires utilisées pour la cartographie des rayons X

Élément cartographié	Raie	Energy (keV)	Interférence possible
O	K α 1	0,5249	Fe, S, Mn, Mg
Na	K α 1	1,0410	Zn, Mg
Mg	K α 1	1,2536	Zn, Na
Al	K α 1	1,4867	
Si	K α 1	1,7400	
P	K α 1	2,0137	
S	K α 1	2,3078	
K	K α 1	3,3138	
Ca	K α 1	3,6917	K
Mn	K α 1	5,8988	
Fe	K α 1	6,4038	Mn
Ni	K α 1	7,4782	
Cu	K α 1	8,0478	
Zn	K α 1	8,6389	

The elements are selected to represent the whole mineralogy of the sample. They are also used to differentiate between the various arsenic-bearing mineral by image combination.

La *figure 1* présente le microscope électronique à balayage utilisé dans le cadre de cette étude.



Figure 1 : Photographie du microscope électronique à balayage Hitachi S-3500N

La démarche utilisée dans cette étude est constituée de deux étapes :

1. Dans un premier temps, il s'agit de localiser, au moyen de l'imagerie en électrons rétrodiffusés, les phases minérales porteuses d'éléments métalliques sulfurés

- (principale minéraux d'intérêt de l'étude). Ces phases apparaissent généralement plus blanche que les autres dans l'image en électrons rétrodiffusés.
2. Dans un deuxième temps, il s'agit de caractériser les éléments constitutifs de la phase minérale localisée et de quantifier les éléments par spectrométrie EDS. La composition élémentaire permet, dans certains cas, de nommer la phase minérale à partir d'une base de donnée minéralogique comme celle que l'on retrouve sur le site Internet www.athena.com. Une cartographie élémentaire peut être aussi acquise.

4. Avertissement

La mise en page de ce rapport a été volontairement limitée afin de maximiser le temps de d'analyse. Aucun numéro de figure ni numéro d'image n'a été indiqué (à l'exception des « Label » d'analyse chimique des spectres de rayons X). Les images placées sont dans l'ordre numérique de leur acquisition pour faciliter la recherche par rapport aux fichiers sources qui peuvent être retrouvés dans le dossier principal. Aucun tri n'a donc été opéré pour rendre l'interprétation plus cohérente d'une image à une autre. Les images sont interprétées les unes à la suite des autres. Les rectangles blancs sur certaines images représentent les zones qui sont agrandies dans l'image suivante.

5. Résultats

5.1. Échantillon U4137

L'échantillon U4137 correspond à la première tranche du bas de la colonne #1. Il possède une teneur en S avoisinant 1 % massique et de faibles teneurs en Cu, Zn et Ni.

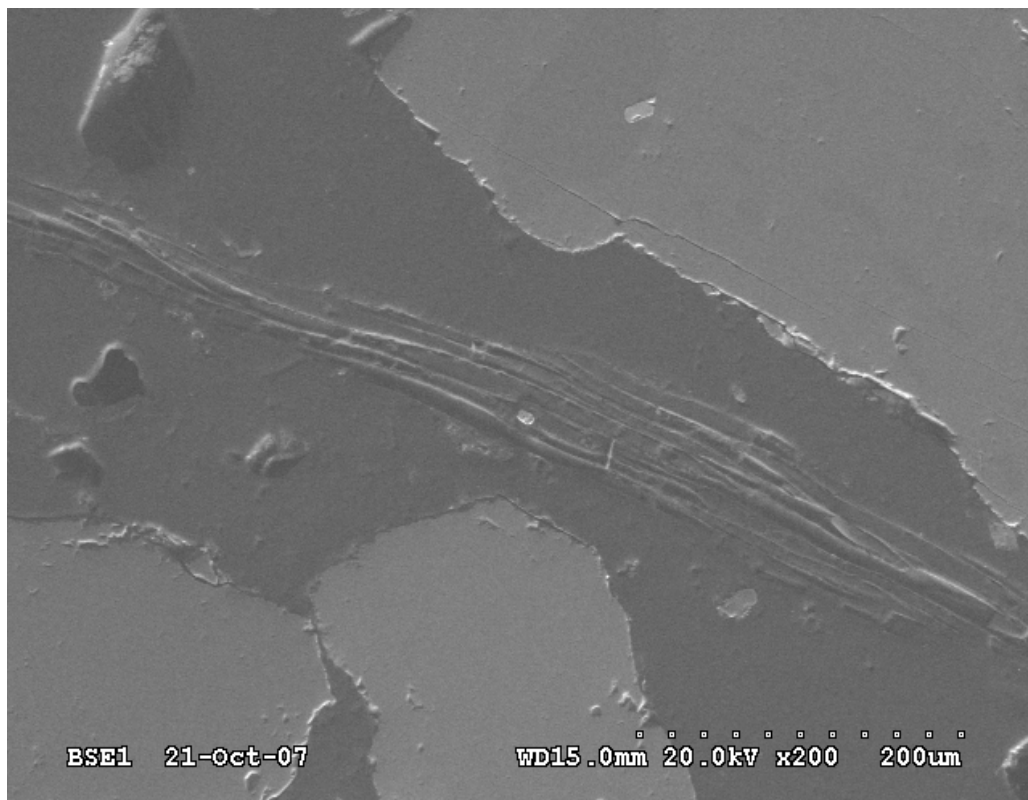


Image en électron rétrodiffusés au MEB

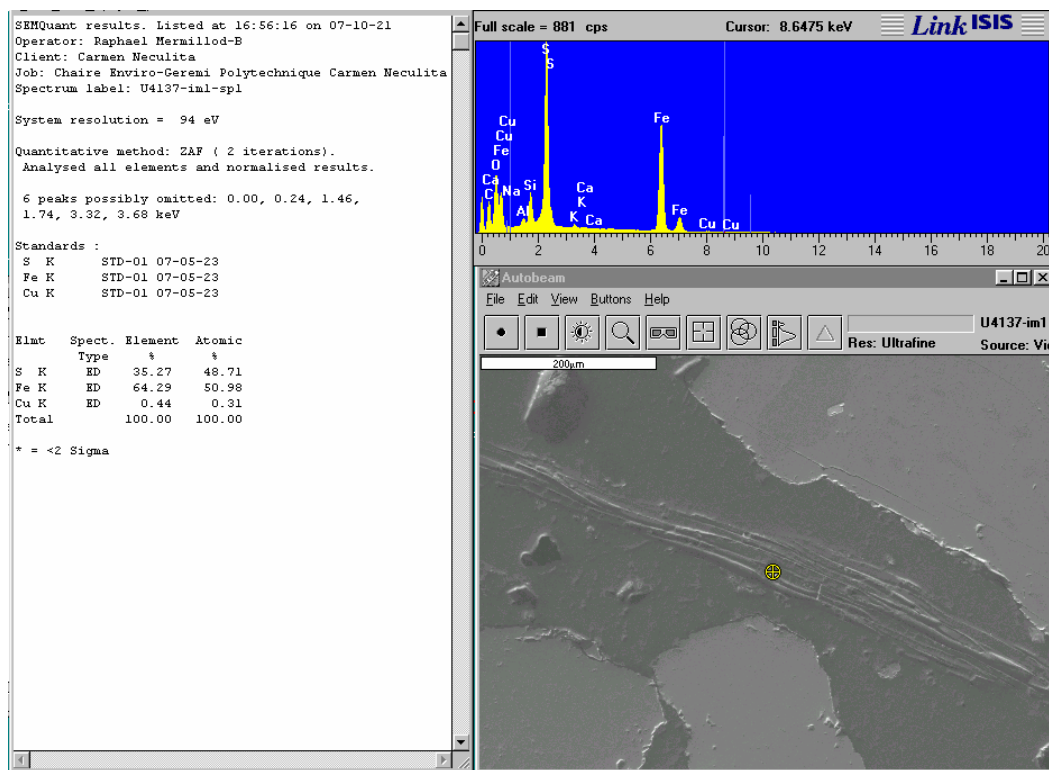


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Le grain clair au centre est une particule de sulfure de fer de stoechiométrie proche de la pyrrhotite. Elle est relativement ronde et enchâssée dans les orifices d'une fibre organique (sans doute une particule de bois). Elle possède un peu de Cu en impureté.

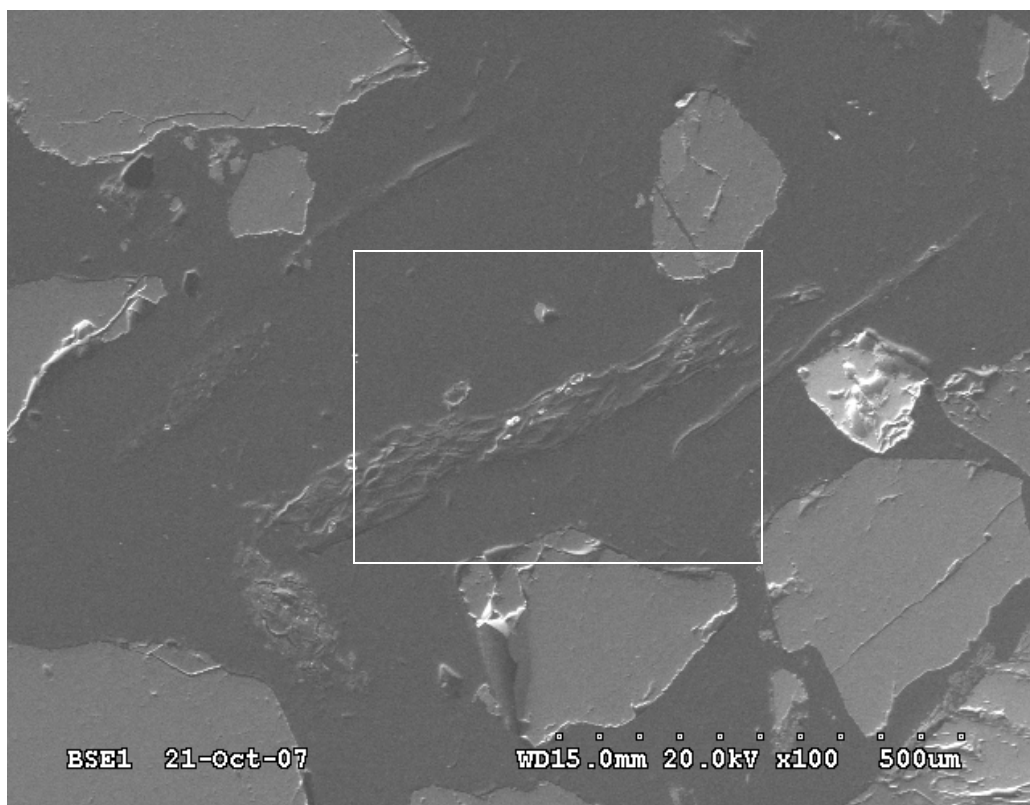


Image en électron rétrodiffusés au MEB

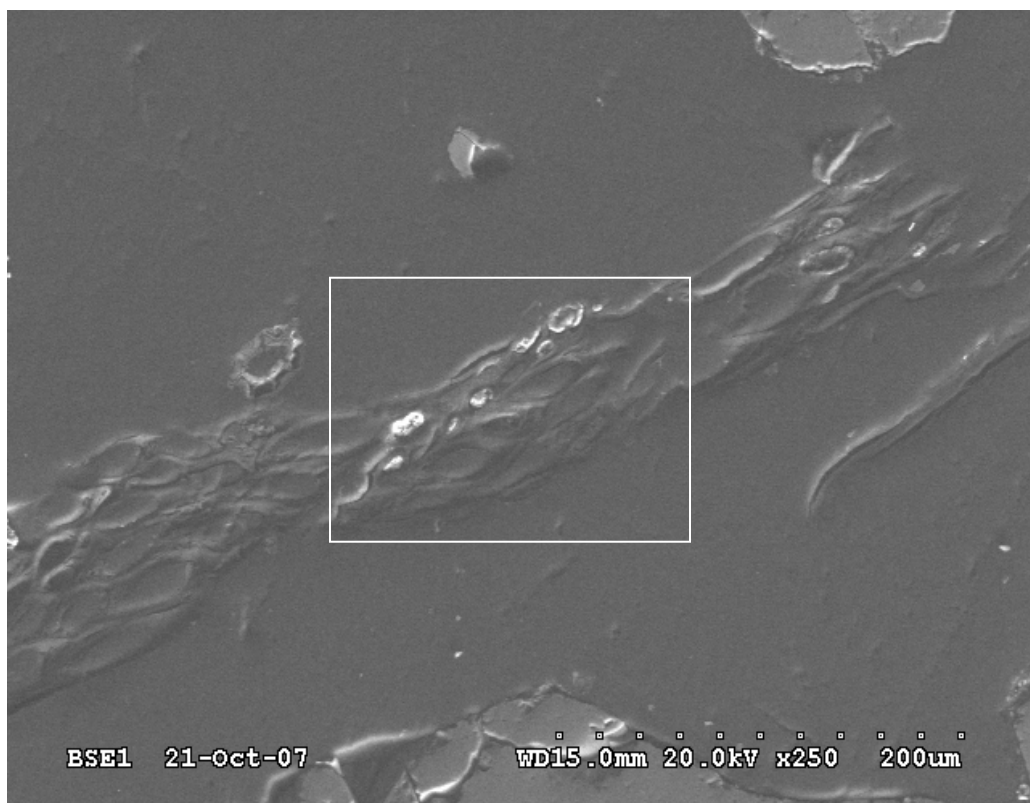


Image en électron rétrodiffusés au MEB

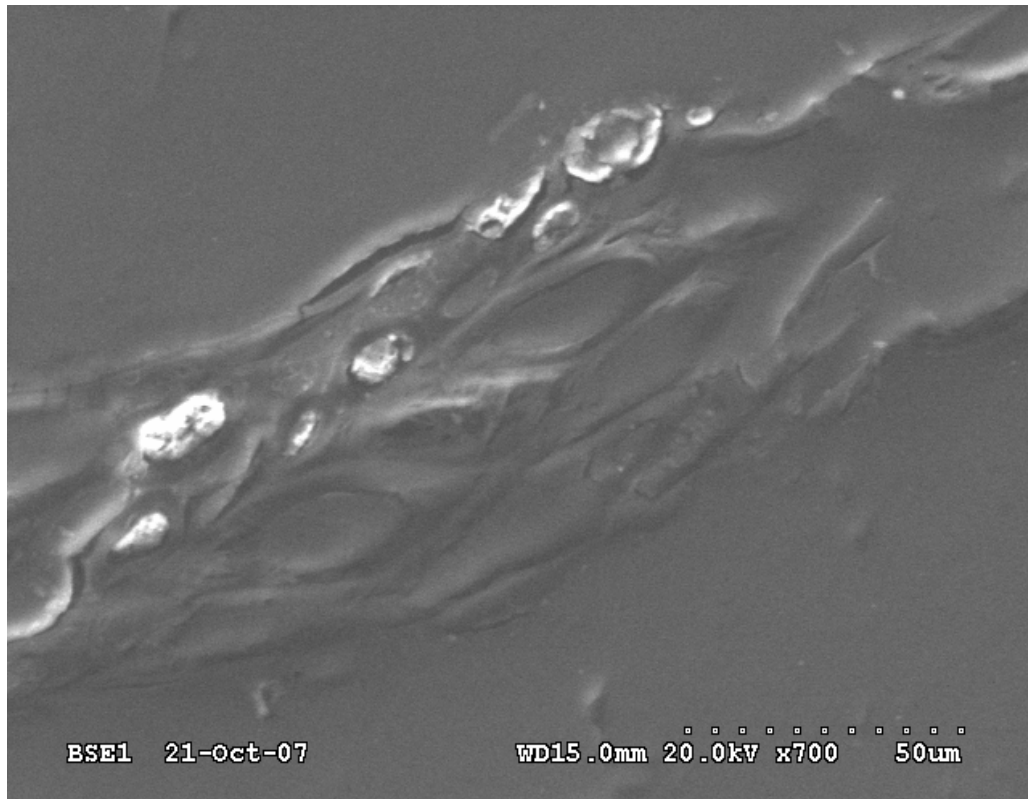
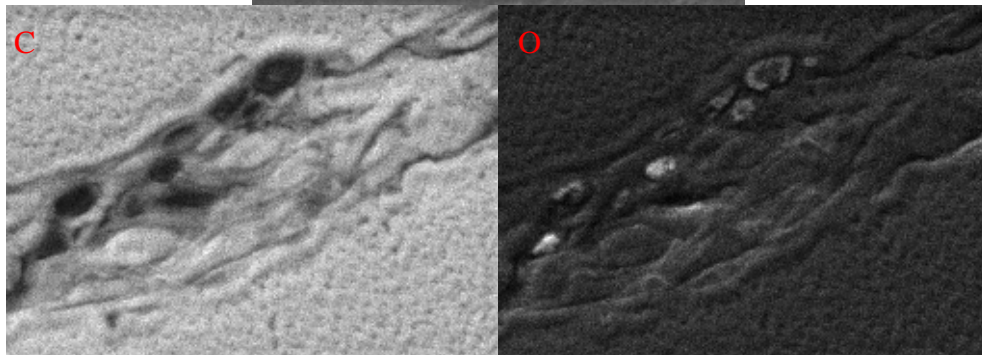
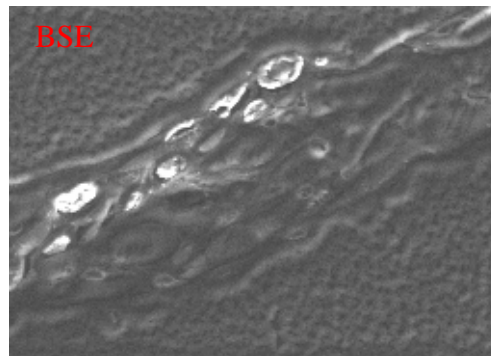
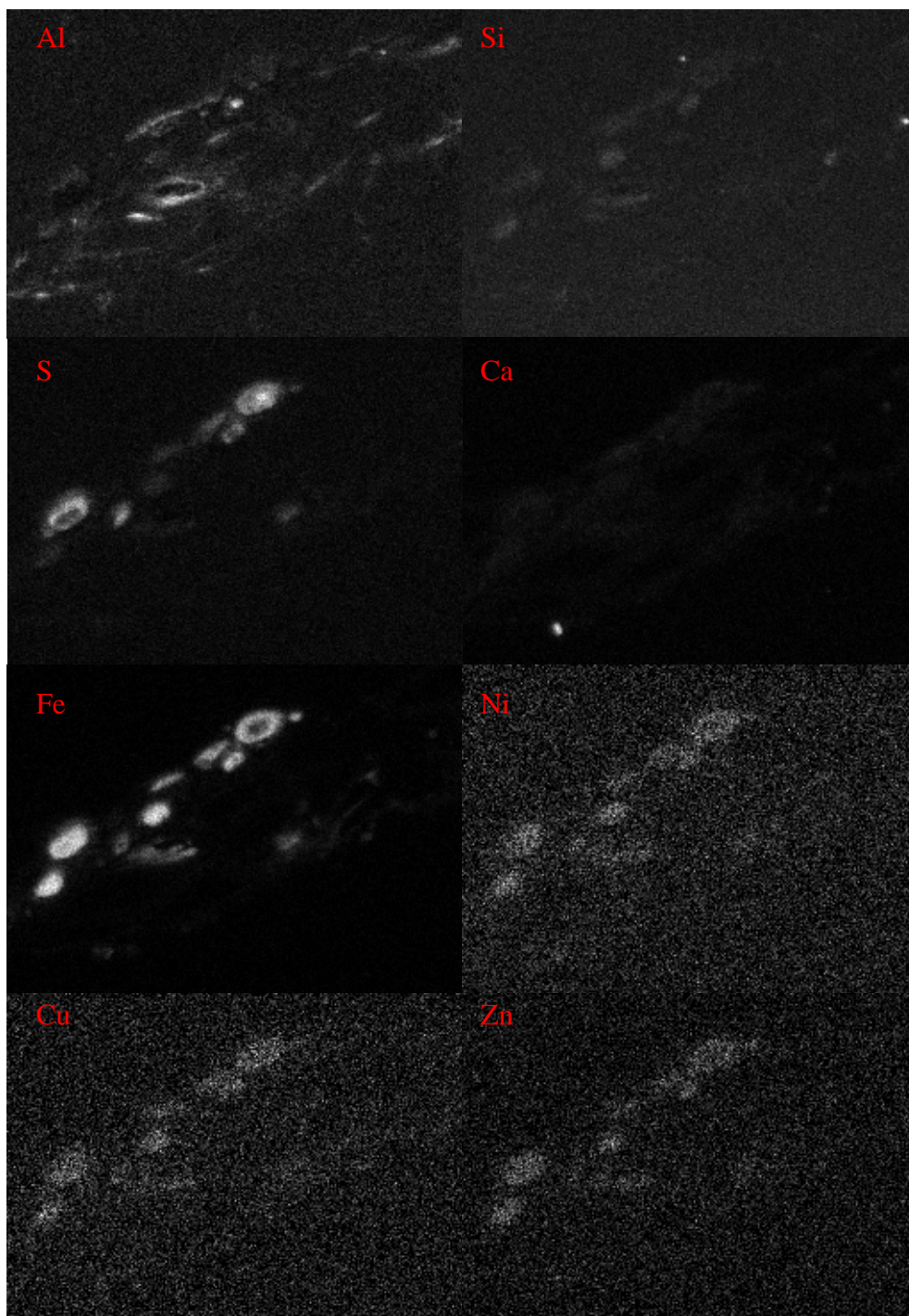


Image en électron rétrodiffusés au MEB





Cartographie élémentaire par spectrométrie des rayons X

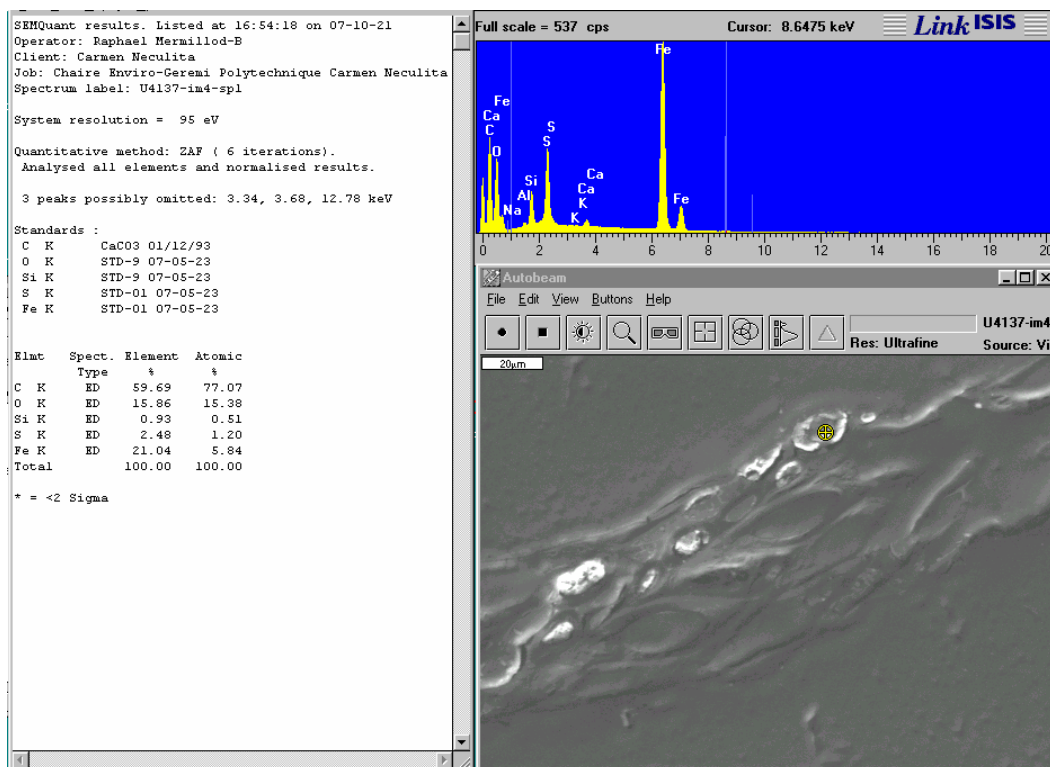


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

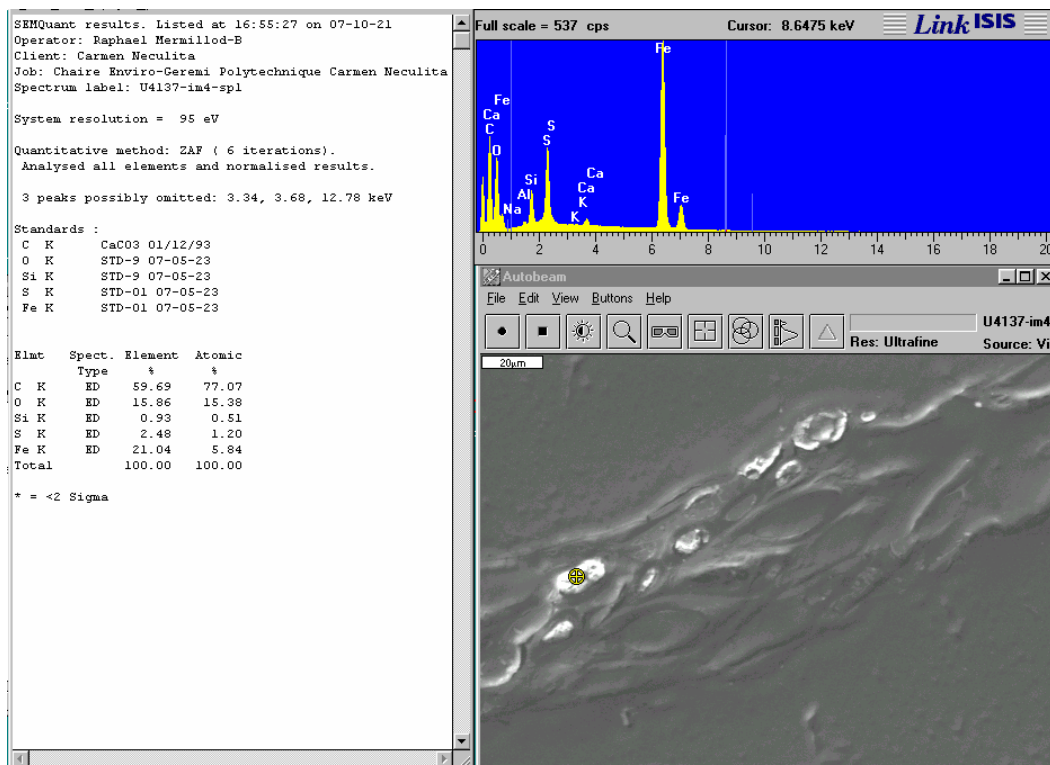


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Cette série d'analyse montre bien l'organisation de billes métalliques enchâssées dans les trous des fibres organiques issus de la texture cellulaire du bois. Les billes sont principalement ferreuses associé avec du soufre pour certaines ou bien de l'oxygène, quelques rares fois avec de l'aluminium. Dans cette série d'analyse, la résolution des éléments Ni, Cu et Zn (par rapport au bruit de fond) ne permet de conclure sur leur présence.

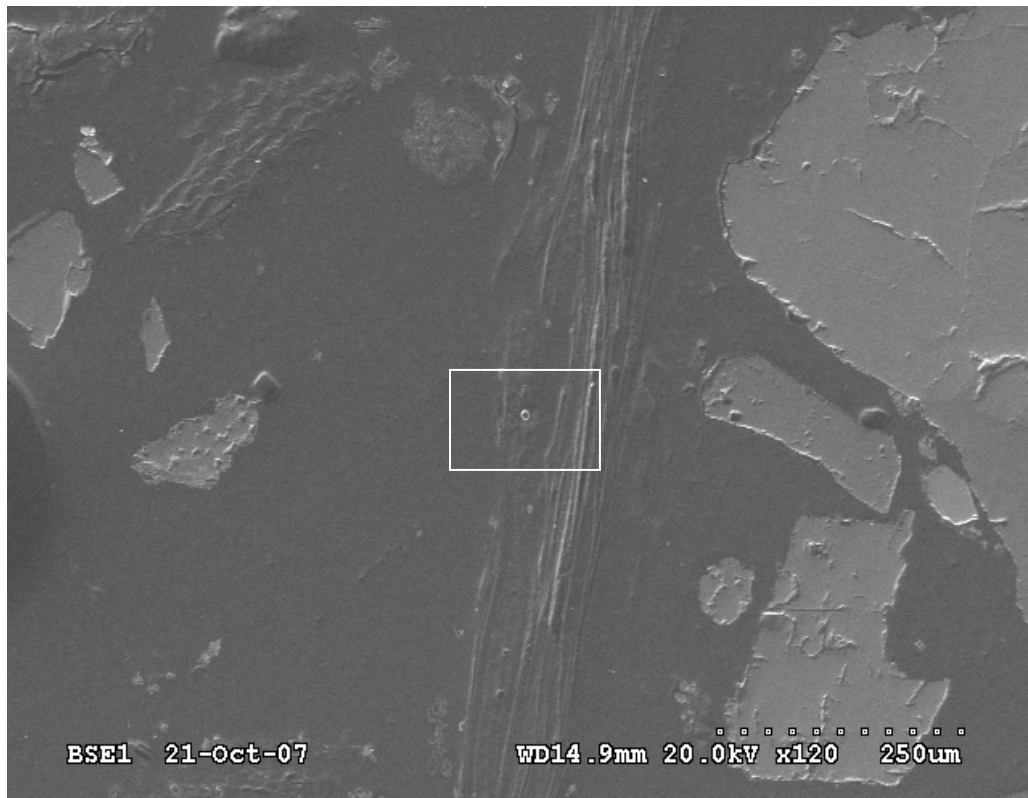


Image en électron rétrodiffusés au MEB



Image en électron rétrodiffusés au MEB

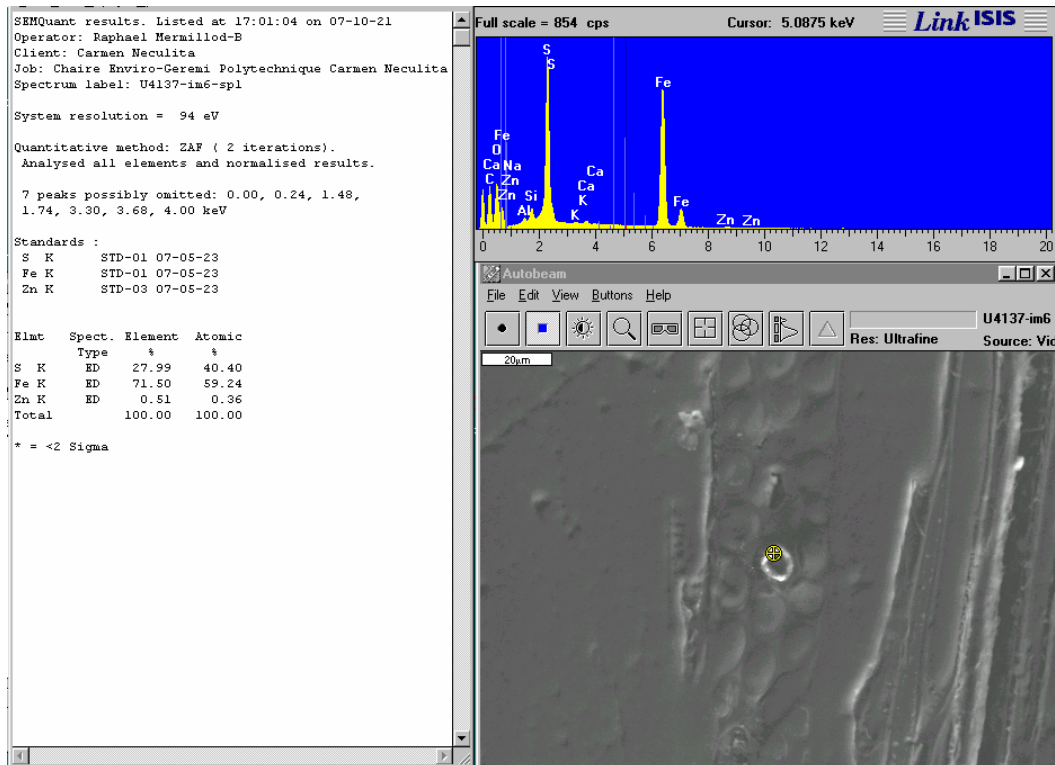


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Dans cette image la bille métallique, de composition proche d'une pyrrhotite zincifère, ne représente que le pourtour du trou cellulaire. Il se pourrait alors qu'il s'agisse de billes creuses qui recouvrent les parois cellulaires accessibles. L'épaisseur du recouvrement semble mesurer 2 μm .

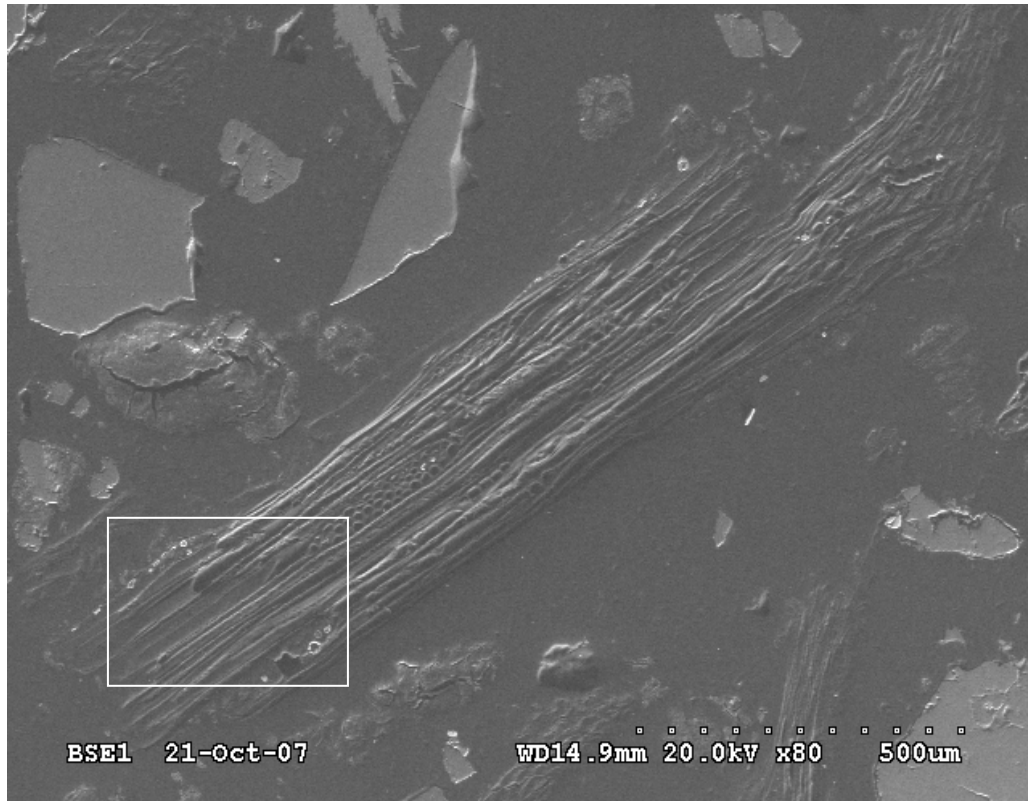


Image en électron rétrodiffusés au MEB

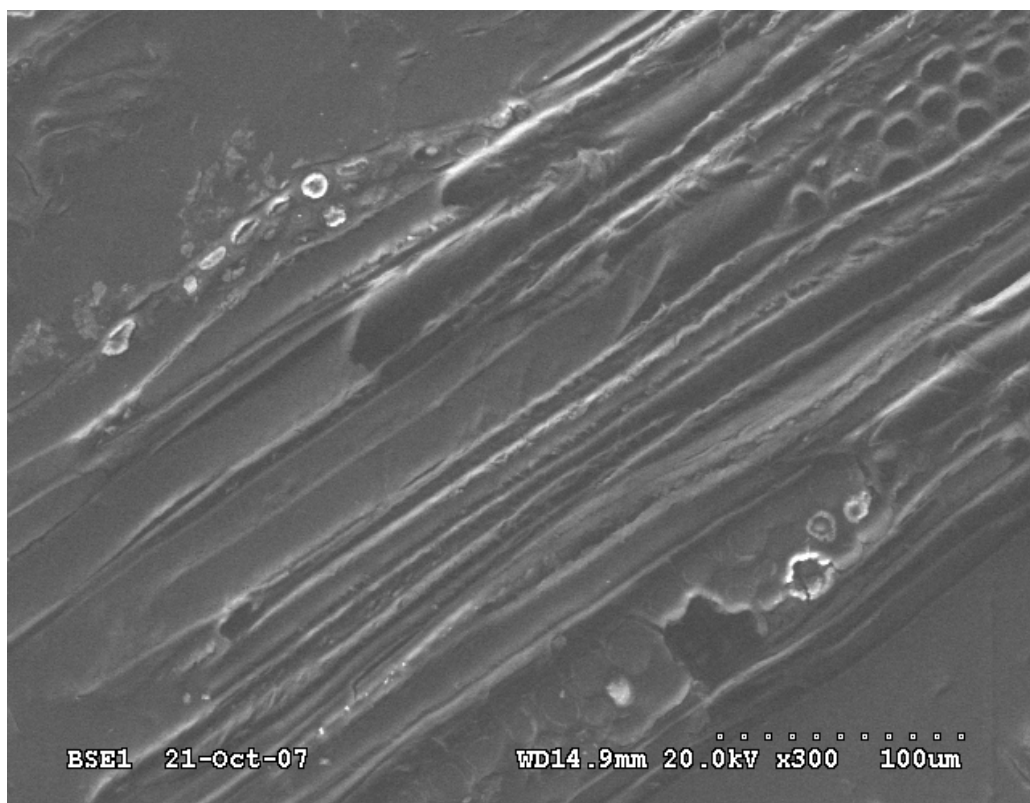
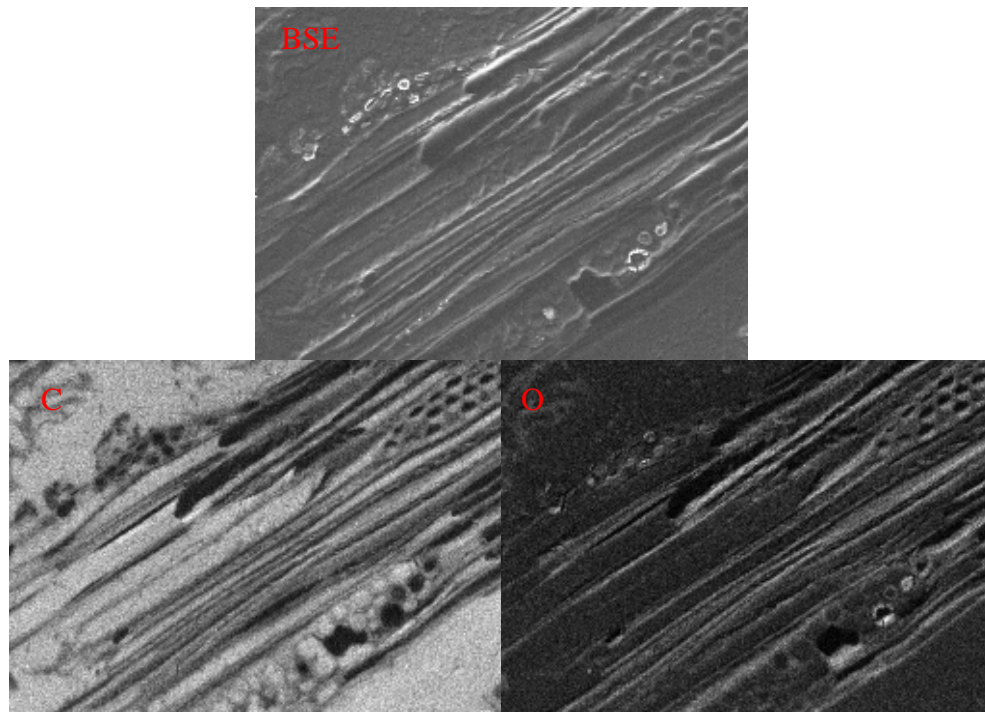
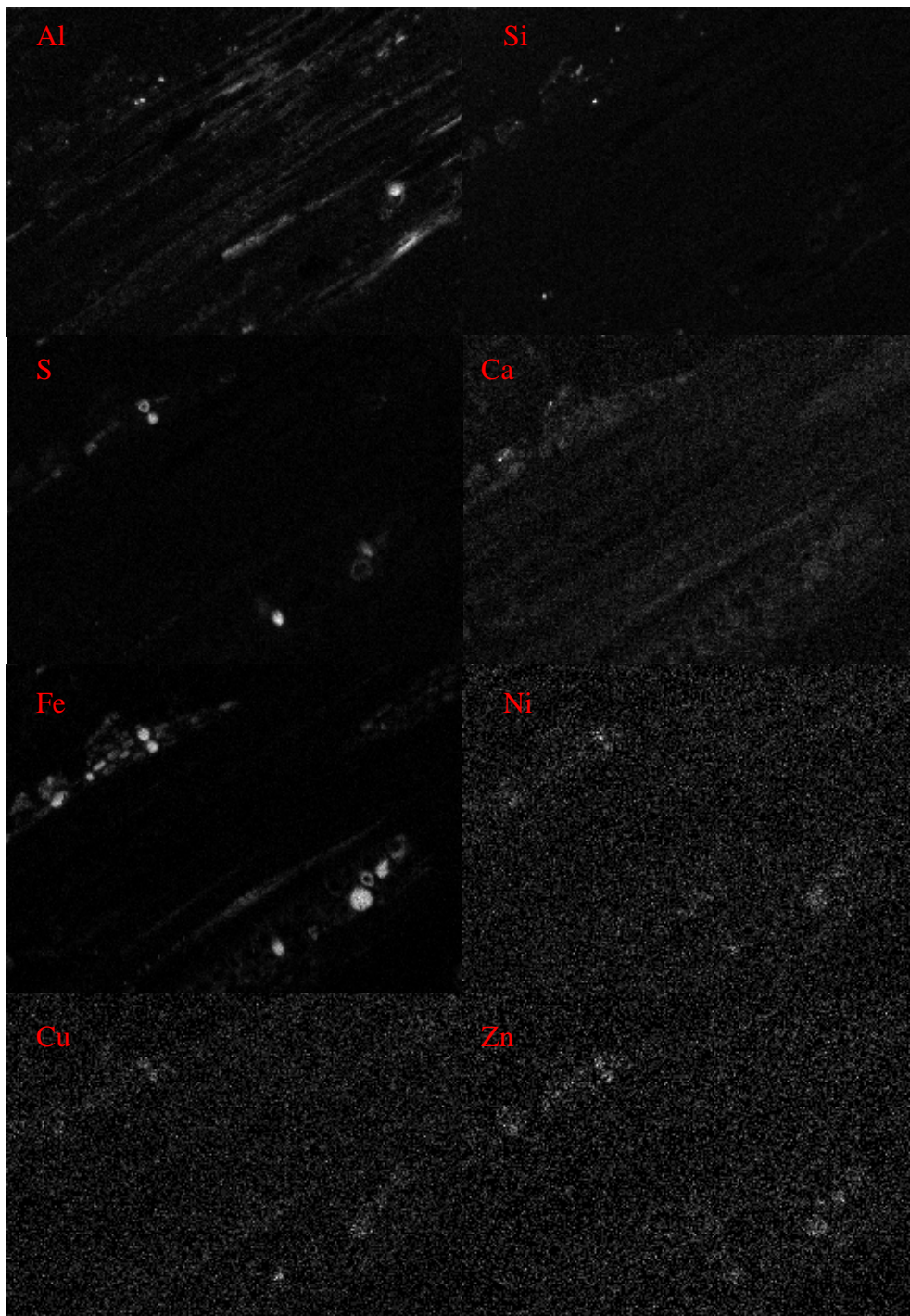


Image en électron rétrodiffusés au MEB





Cartographie élémentaire par spectrométrie des rayons X

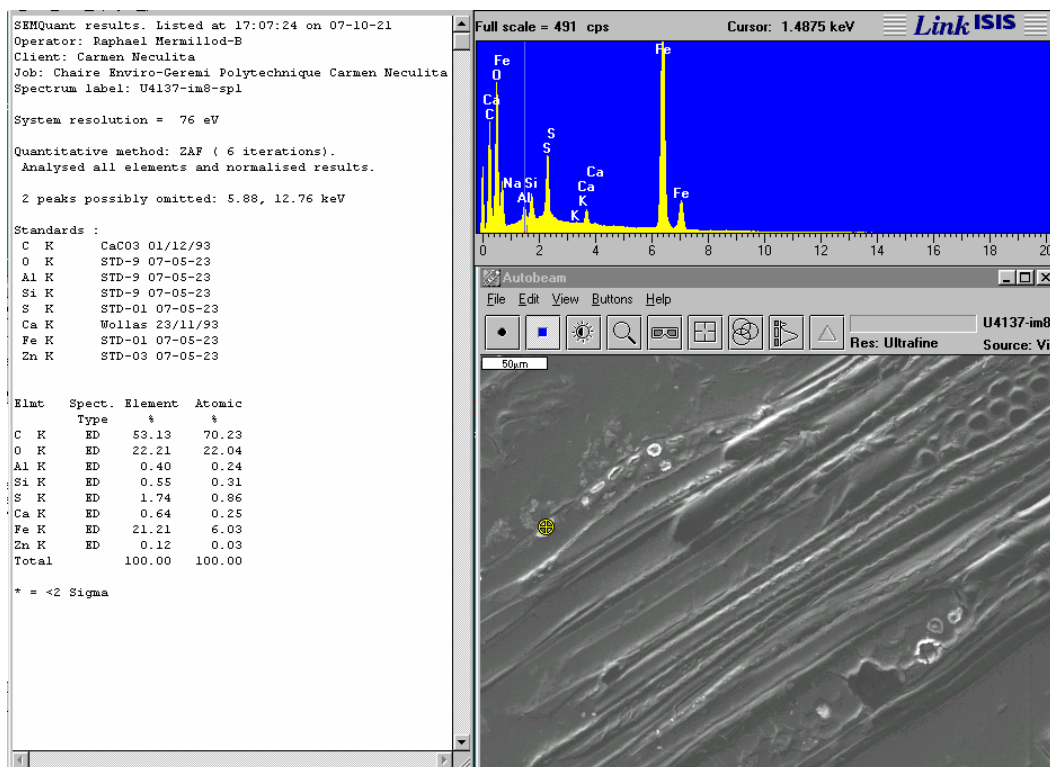


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

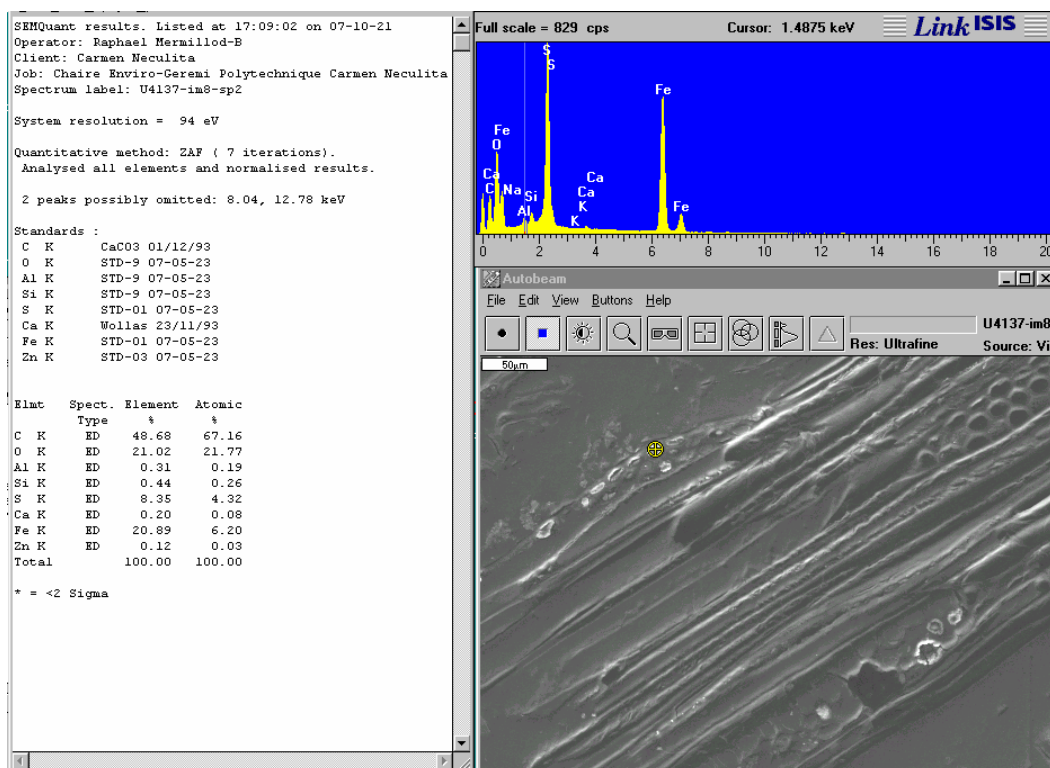


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Comme l'analyse précédente la texture et l'organisation des billes métallique en recouvrement de la paroi cellulaire est bien observable. La composition est principalement ferrifère avec un peu de soufre. L'oxygène semble bien présent mais il est difficile de confirmer la quantification compte tenu du risque de pollution issu de la fibre support soujacent. La résolution des éléments Ni, Cu et Zn est encore une fois trop faible pour conclure sur leur présence en cartographie des rayons X, toutefois les analyses spectrales, de meilleure résolution, permettent de confirmer la présence de Zn dans un rapport atomique Zn/Fe de 1/200.

5.2. Échantillon U4139

L'échantillon U4139 correspond à la quatrième tranche du bas de la colonne #1. Il possède une teneur en S avoisinant 1 % massique et des teneurs non négligeables Zn, Ni et Cd, respectivement 0,68, 0,42 et 0,40 % massique.

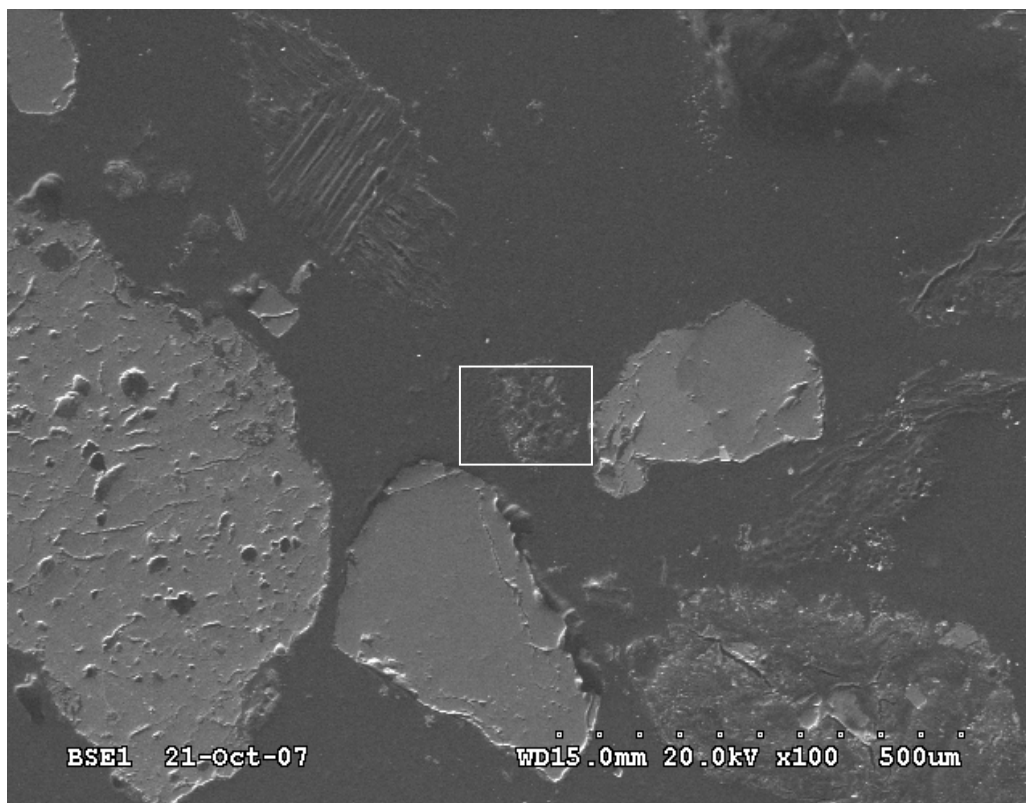


Image en électron rétrodiffusés au MEB

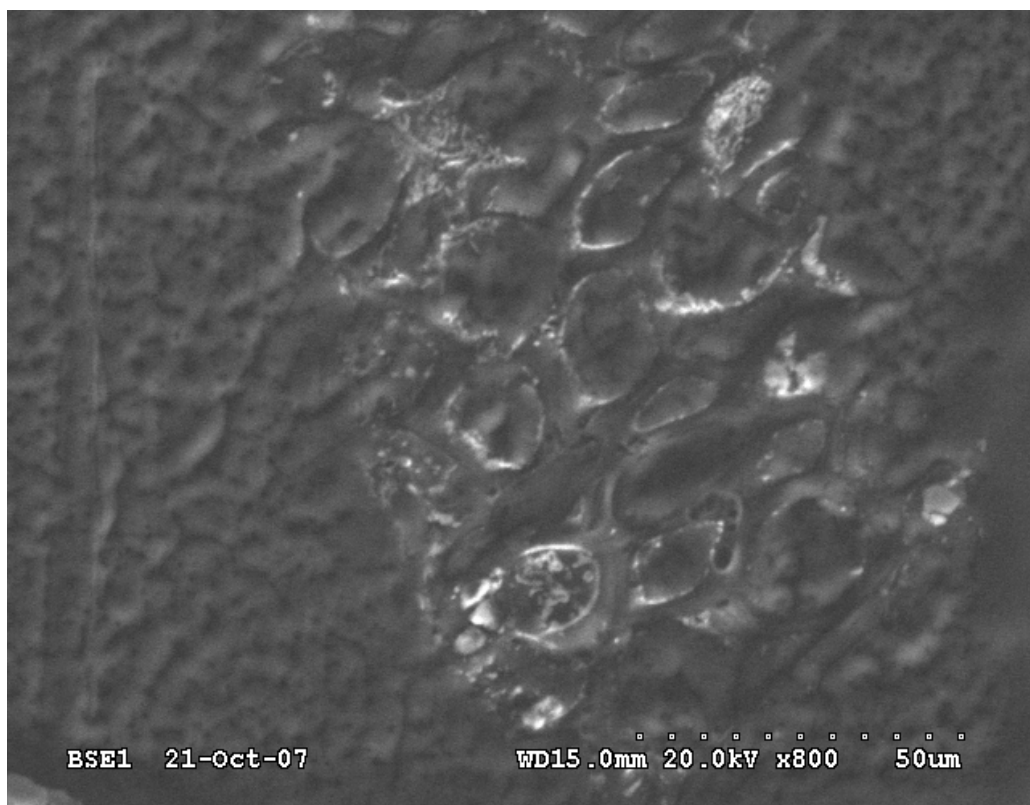
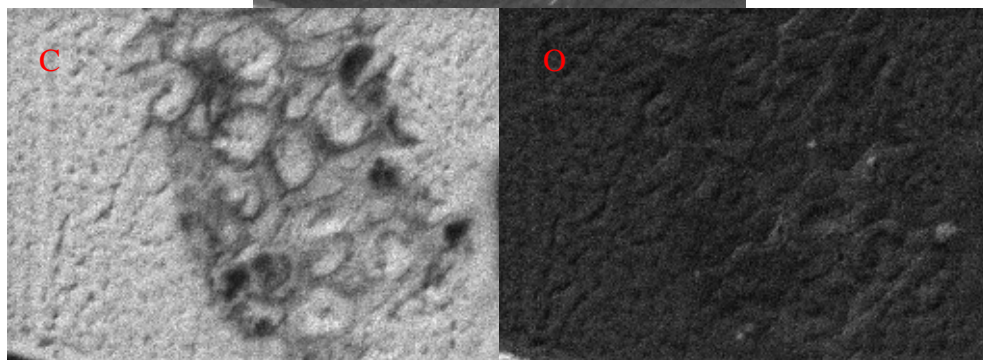
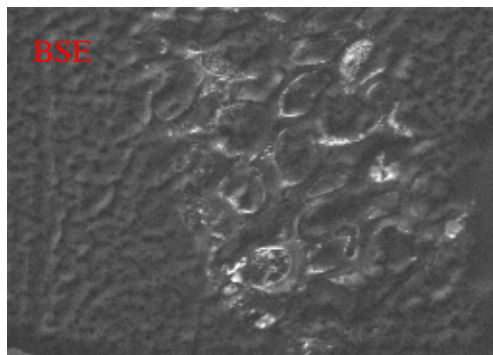
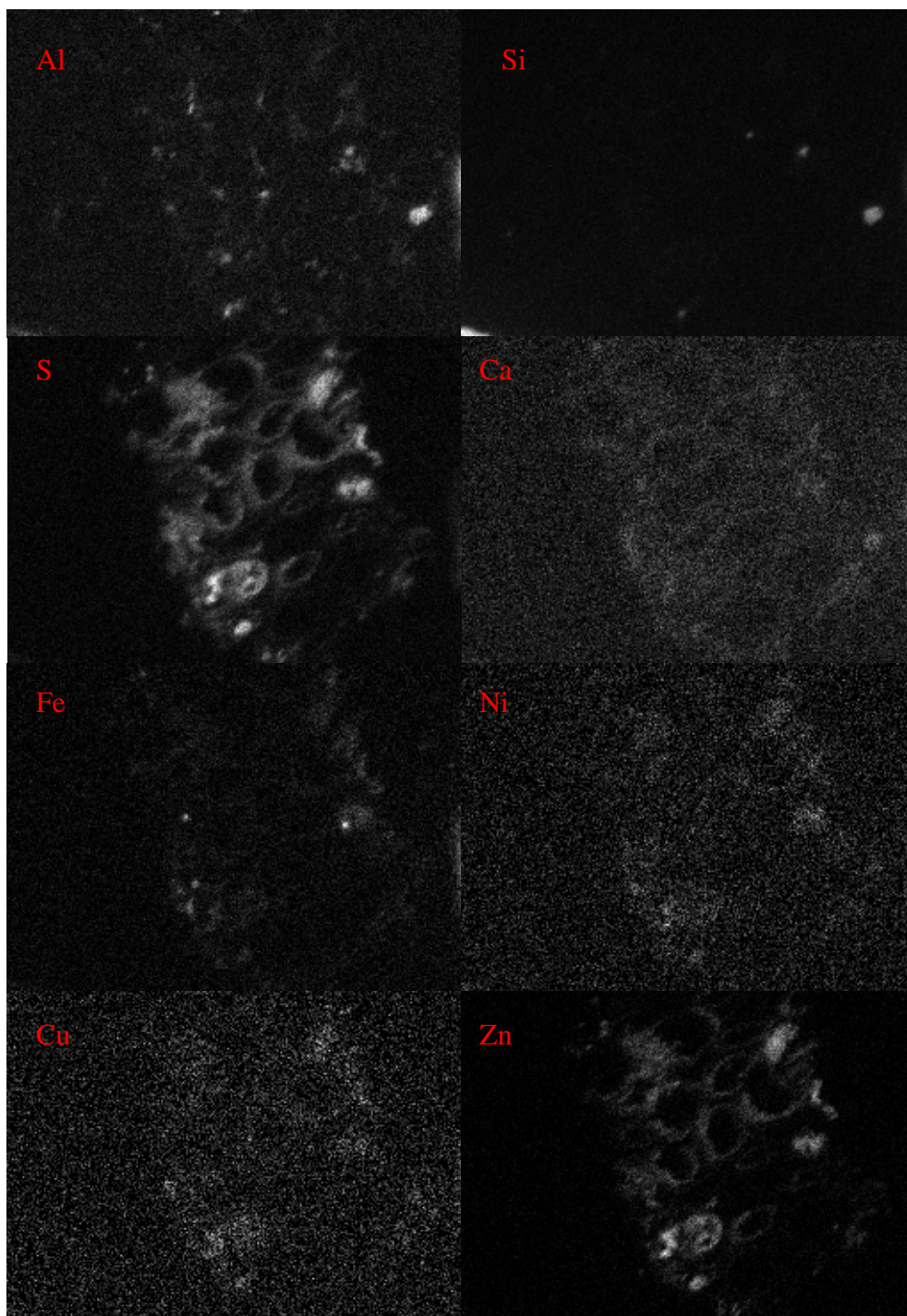


Image en électron rétrodiffusés au MEB





Cartographie élémentaire par spectrométrie des rayons X

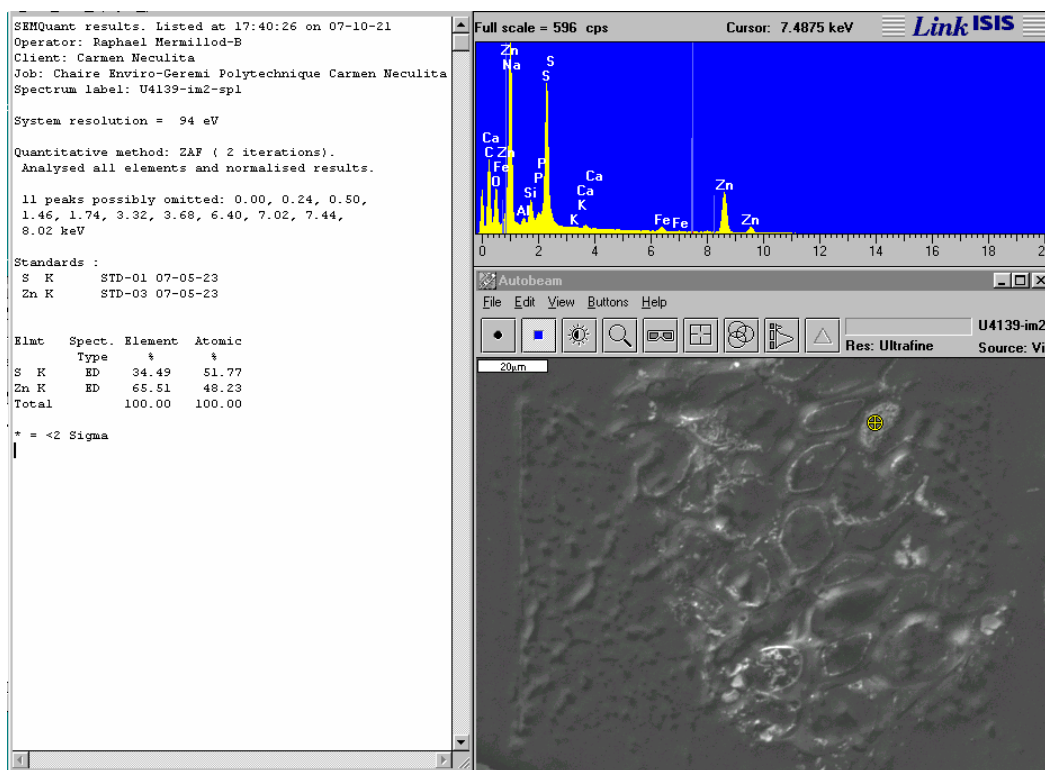


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

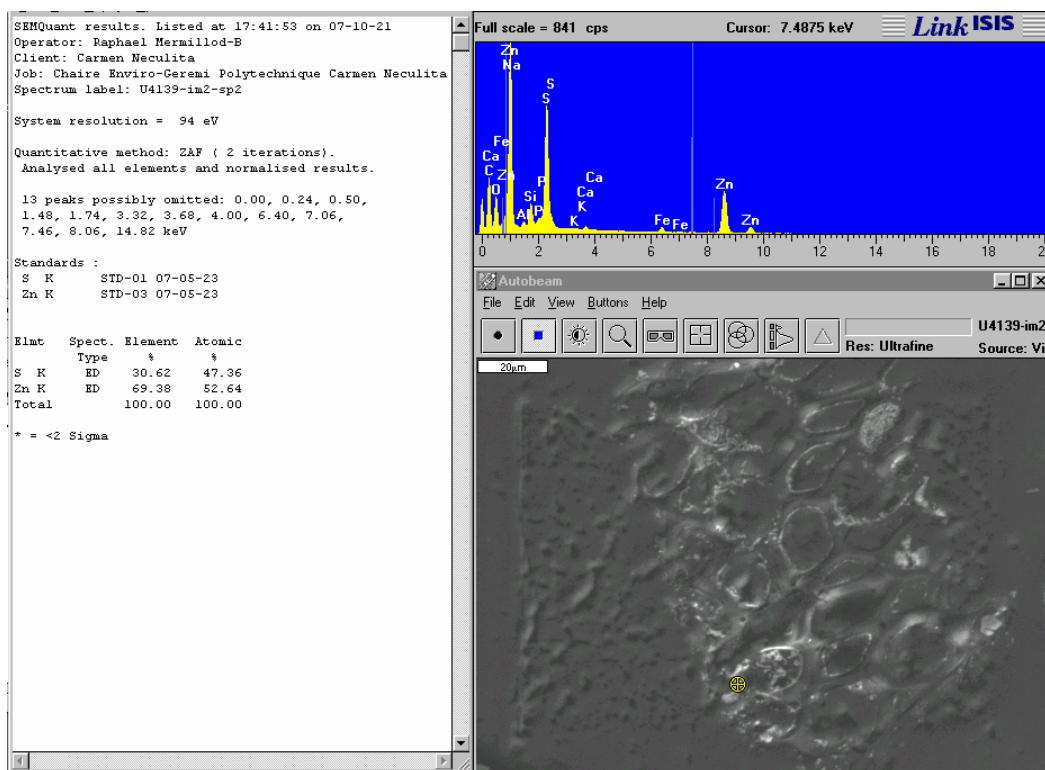


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Outre la texture de la résine époxy entourant la fibre de bois il est clairement observable plusieurs cavités cellulaires recouvre par des phases métalliques. On observe dans ce dernières la nette présence de Zn associé au S (les distributions en cartographie élémentaire sont très bien corrélées). La stœchiométrie de ce sulfure de zinc est proche de ZnS. Le Fe est quasiment absent des observation de cartographie élémentaire tout comme le Cu et Ni dont la présence ne peut toujours pas être confirmée compte tenu de la faible résolution.

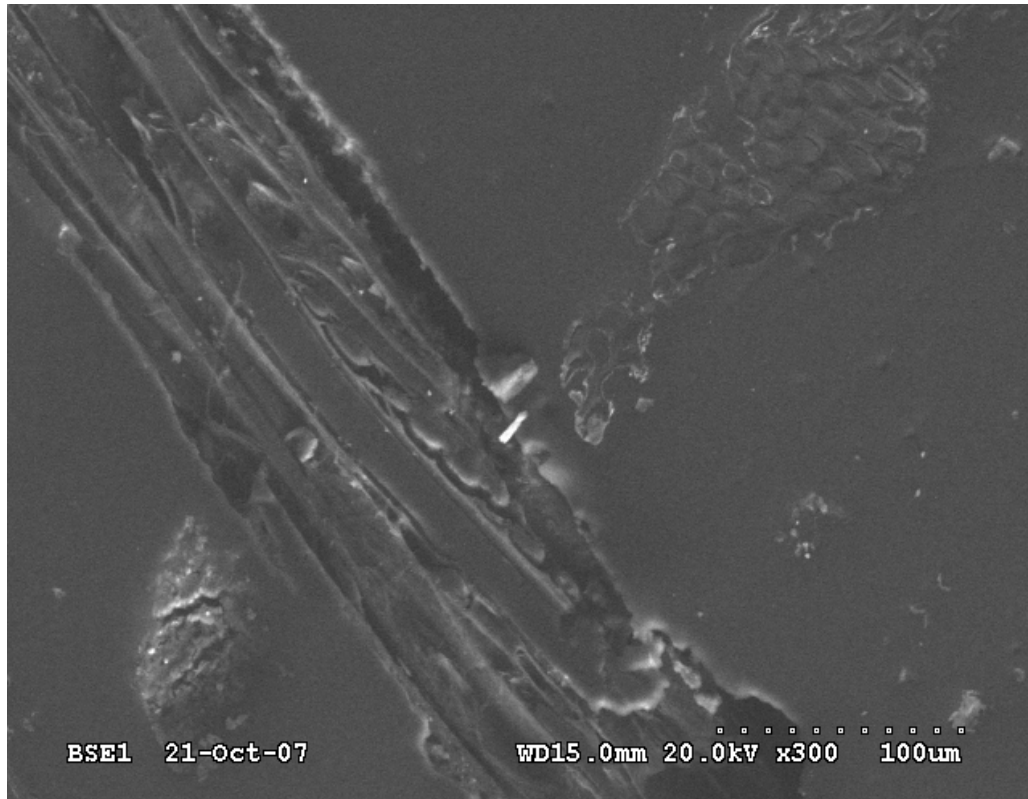


Image en électron rétrodiffusés au MEB

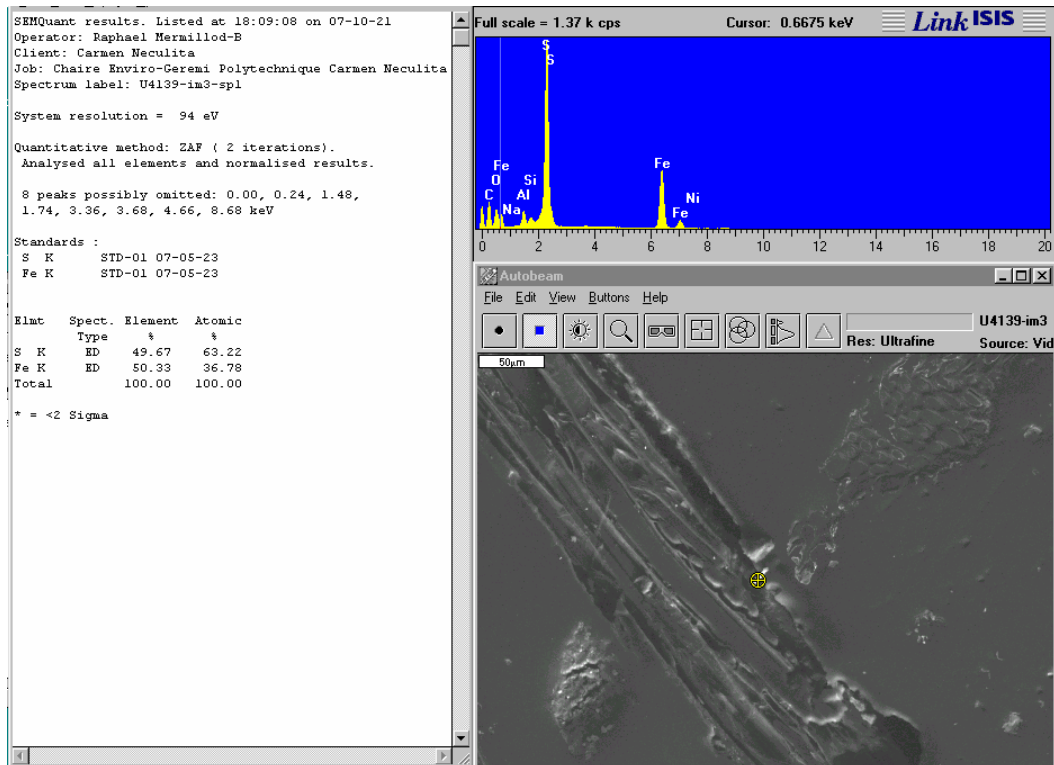


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée
 Une particule de pyrite en baguette

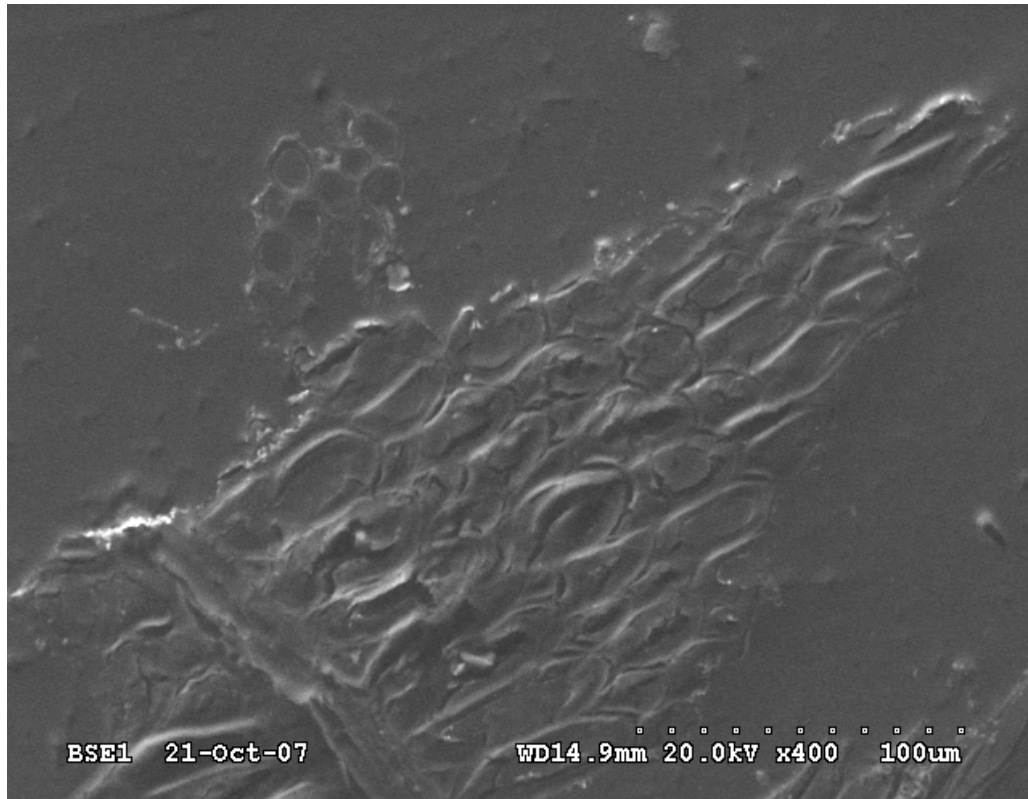


Image en électron rétrodiffusés au MEB

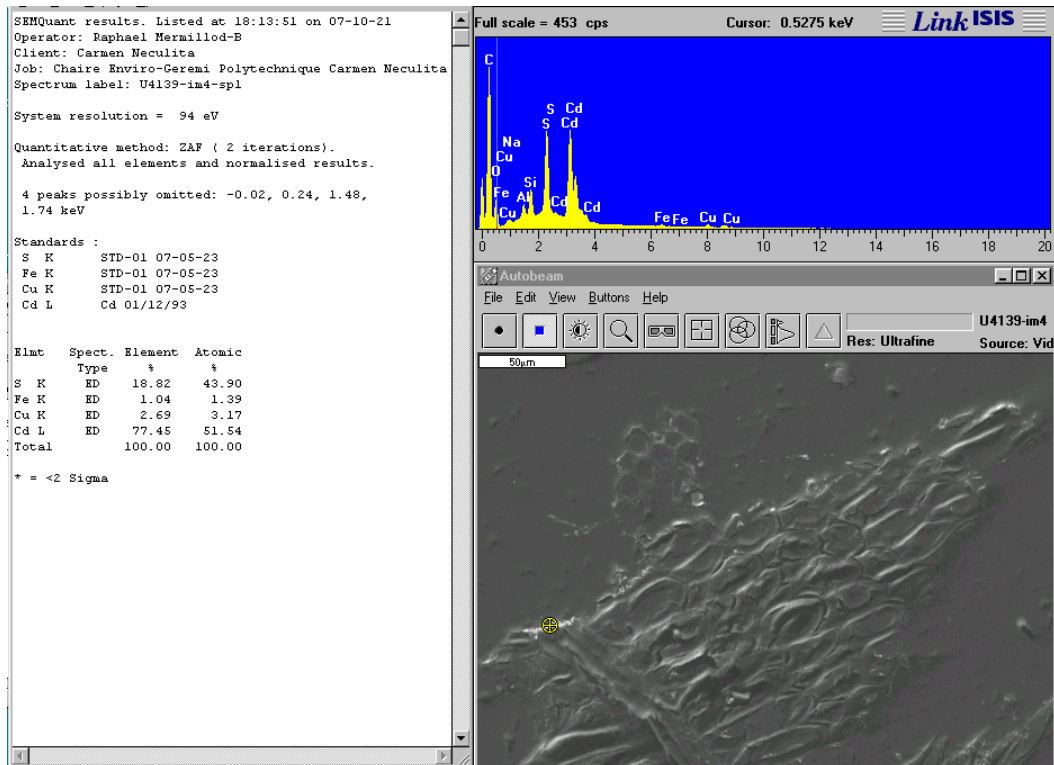


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Il s'agit cette fois d'un recouvrement externe à la fibre de bois et non dans une cavité cellulaire. Il s'agit cette fois d'un sulfure de cadmium de stoechiométrie proche de CdS . On note aussi la présence de Fe et Cu en faible teneur 1 à 3 % massique respectivement.

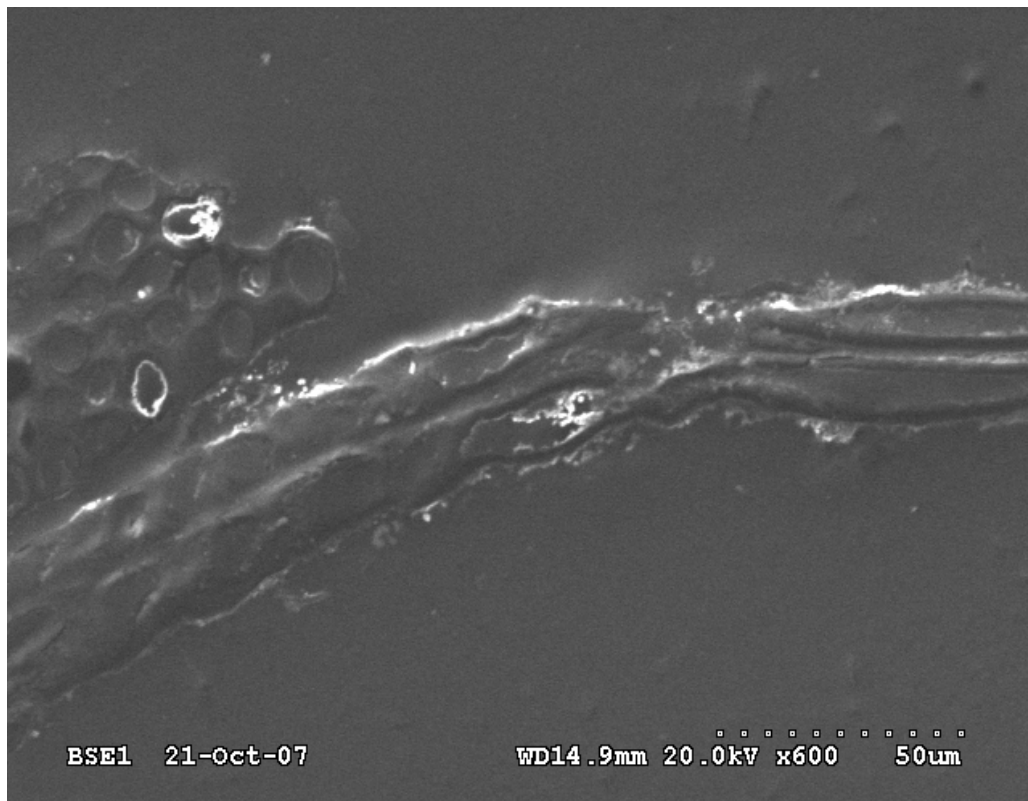


Image en électron rétrodiffusés au MEB

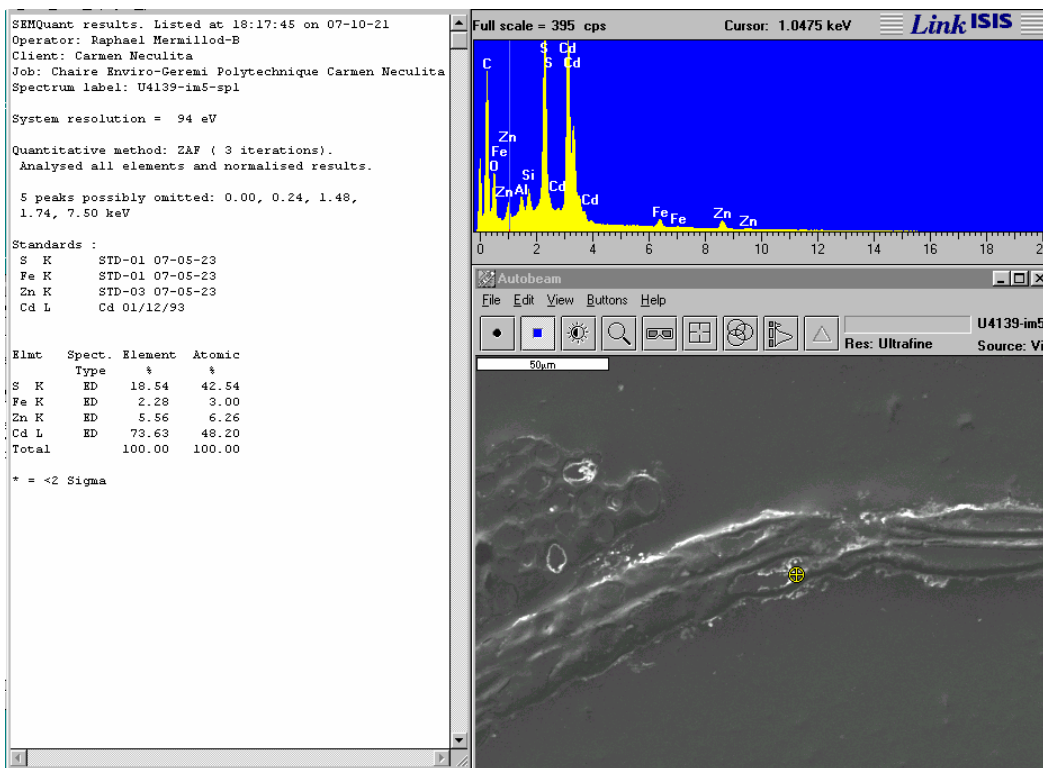


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

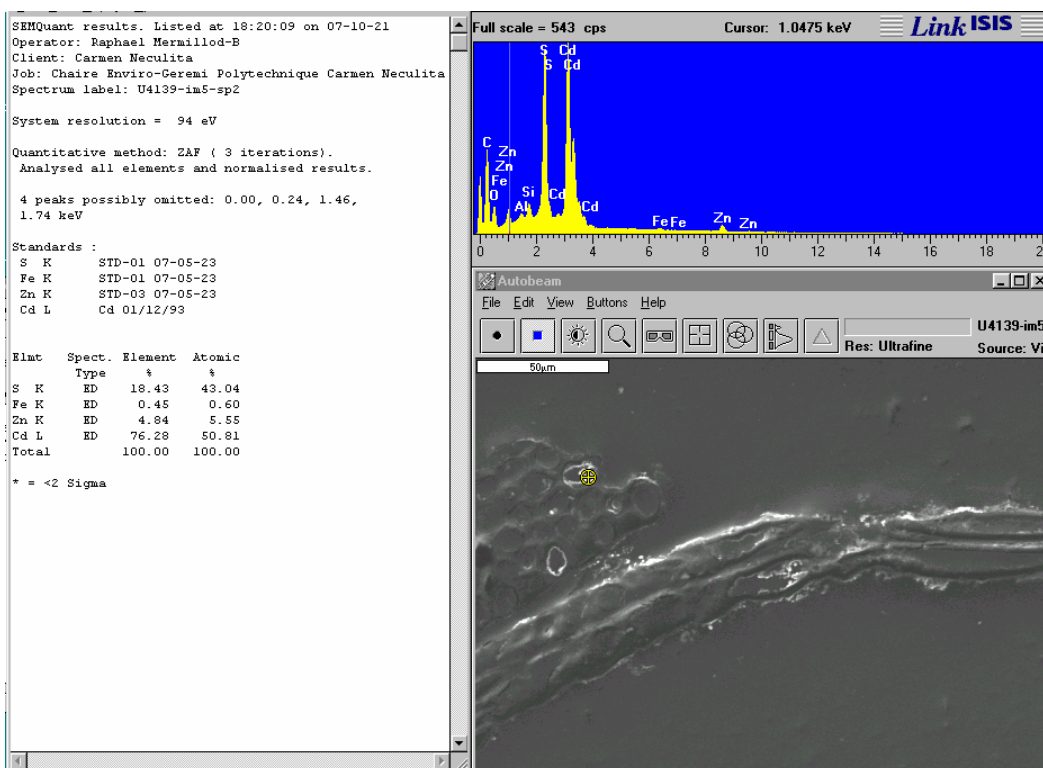


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

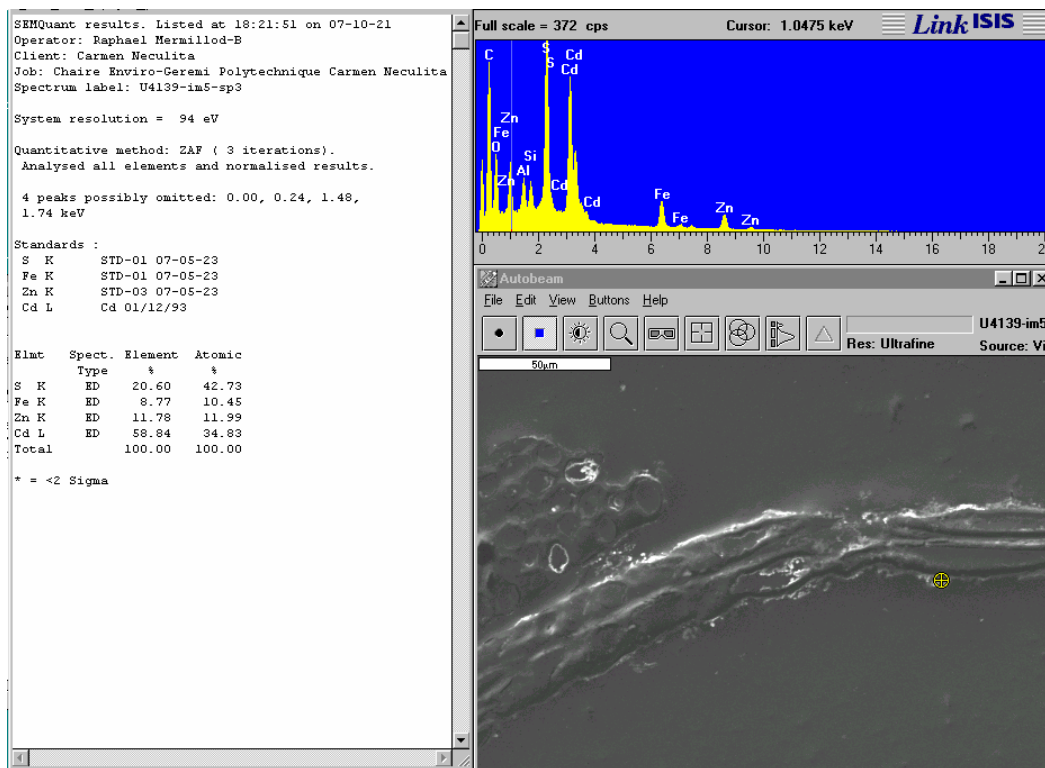


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Cette zone présente l'organisation de recouvrement métallique sur la face externe d'une fibre ainsi que dans les cavités cellulaires. Il s'agit là encore de sulfure de cadmium en rapport atomique proche de 1 mais dont les teneurs en métaux secondaires peuvent atteindre des valeurs non négligeables de 4 à 12 % massique pour le Zn et un peu moins, de 0,5 à 9 % massique pour le Fe

5.3. *Échantillon U4135*

L'échantillon U4135 correspond à la première tranche du bas de la colonne #4. Il possède une teneur en S avoisinant 1 % massique et de très faibles teneurs en Cu, Zn et Ni.

Dans les deux cas les zones plus brillantes de la photographie ci-dessous indiquent des minéraux de type chalcopryrite (CuFeS_2)

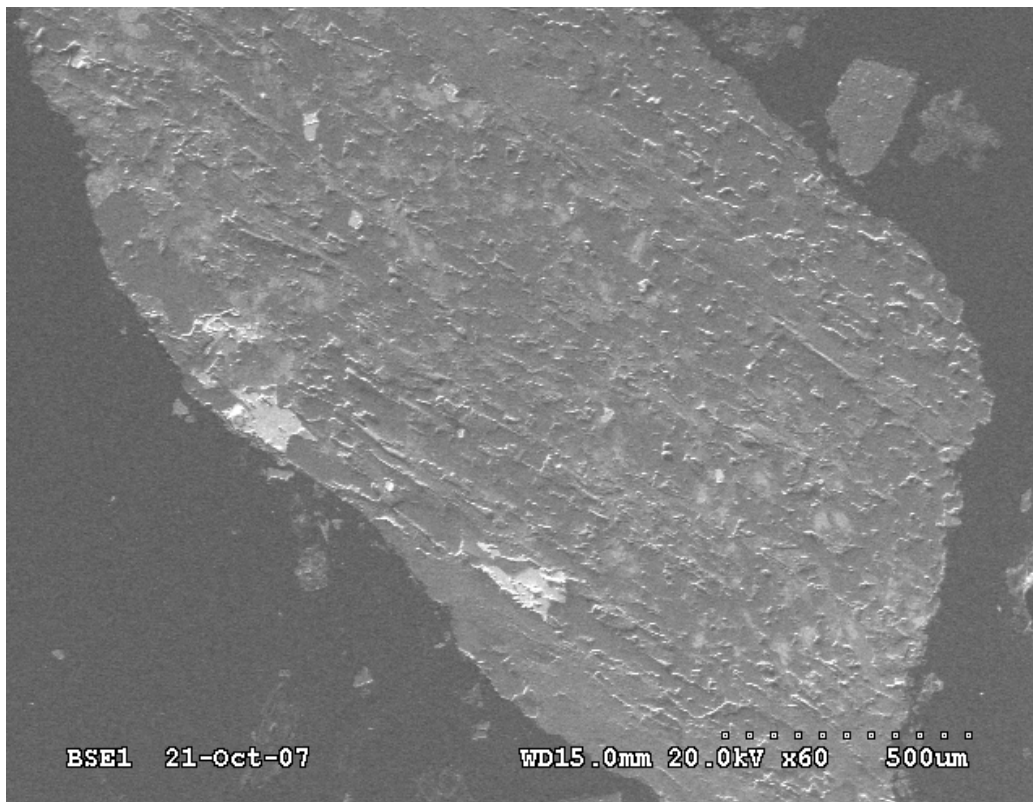


Image en électron rétrodiffusés au MEB

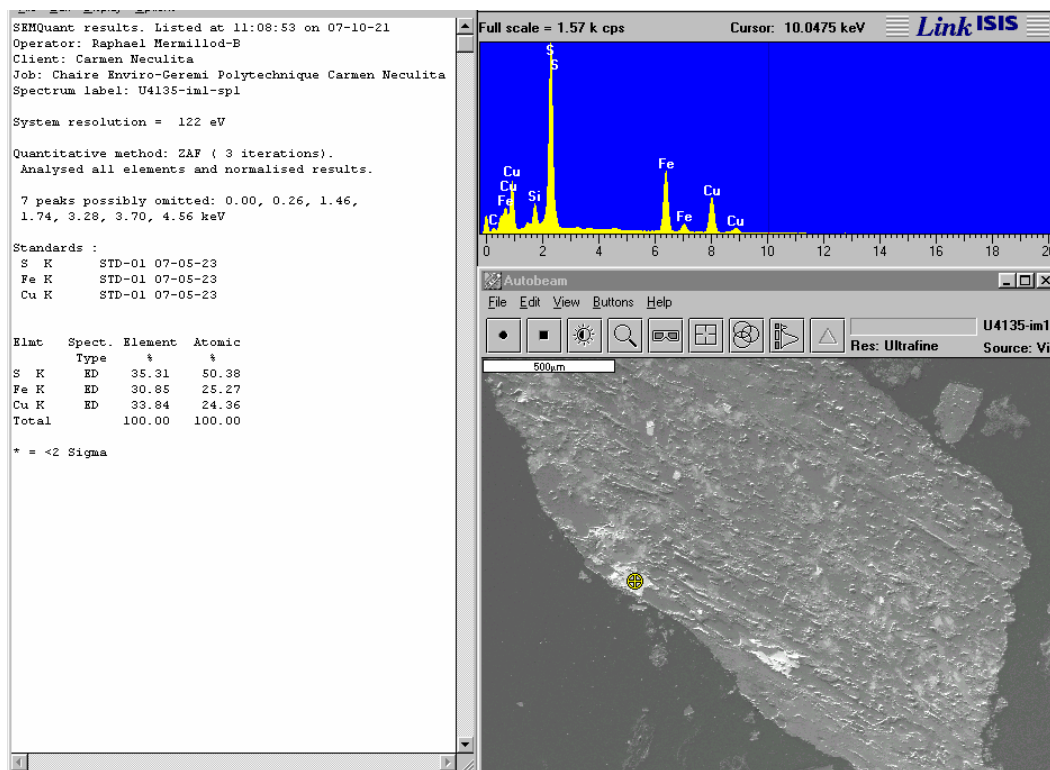


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

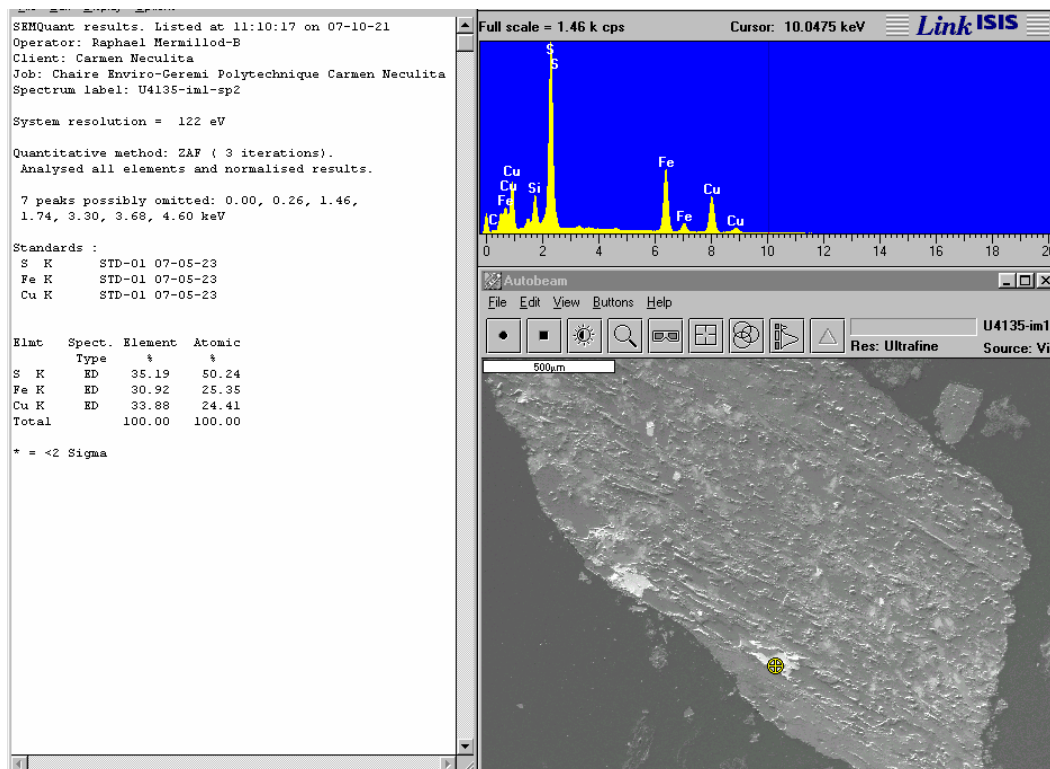


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

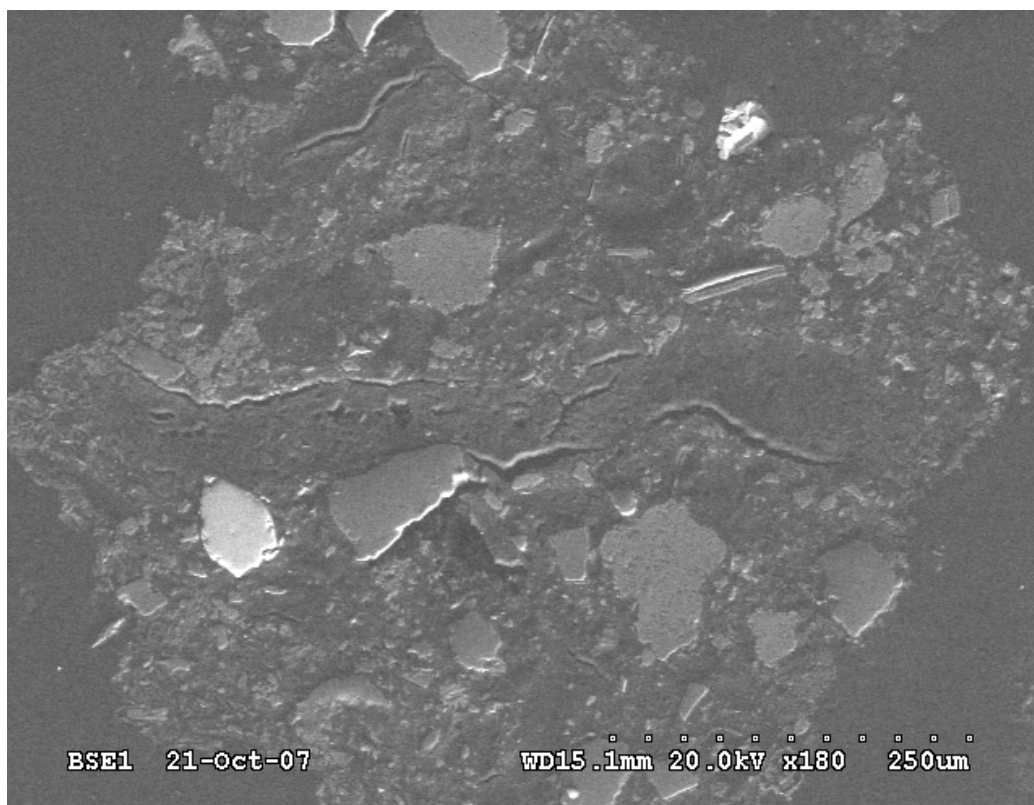


Image en électron rétrodiffusés au MEB

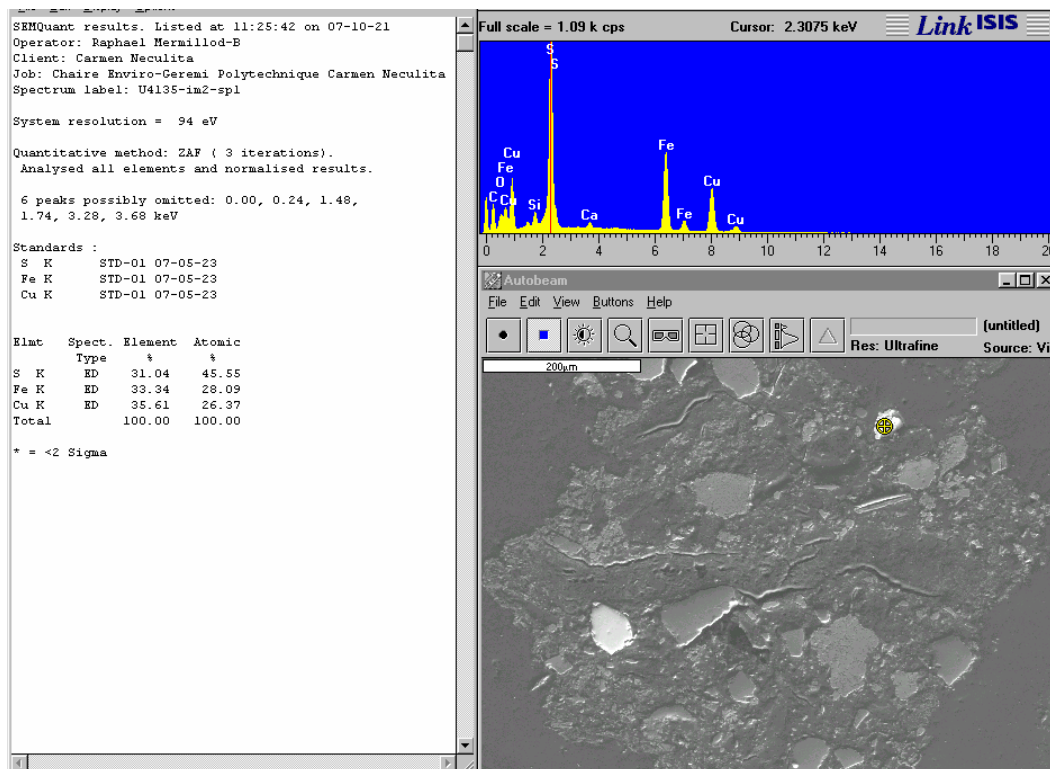


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

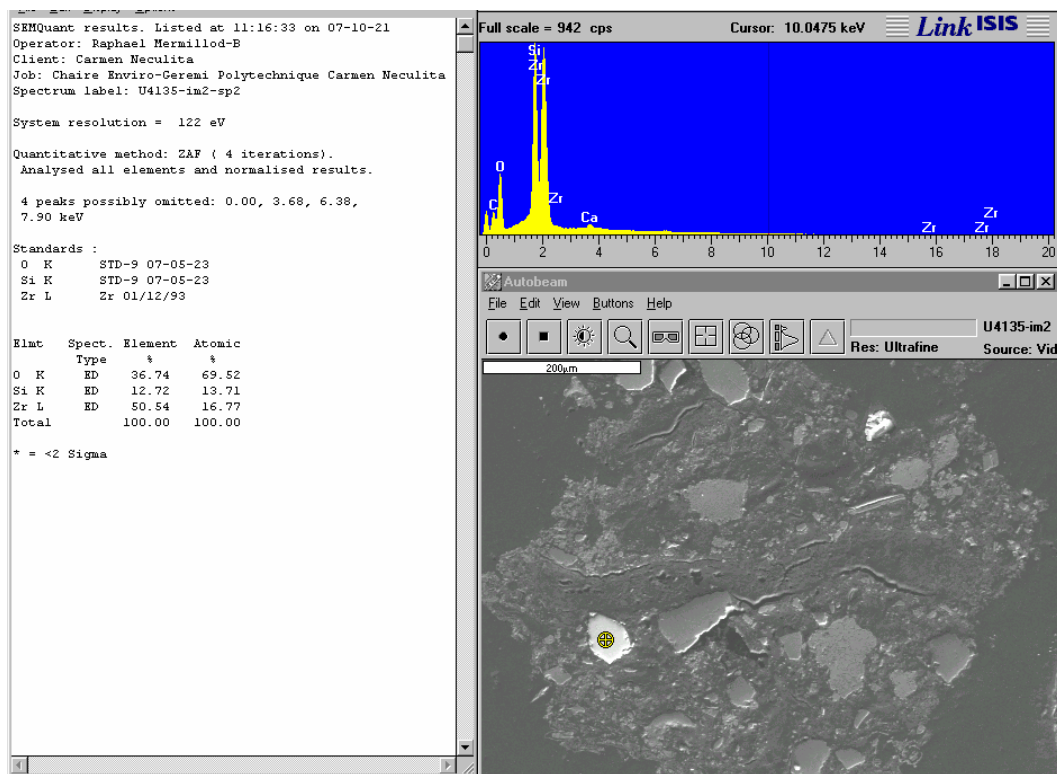


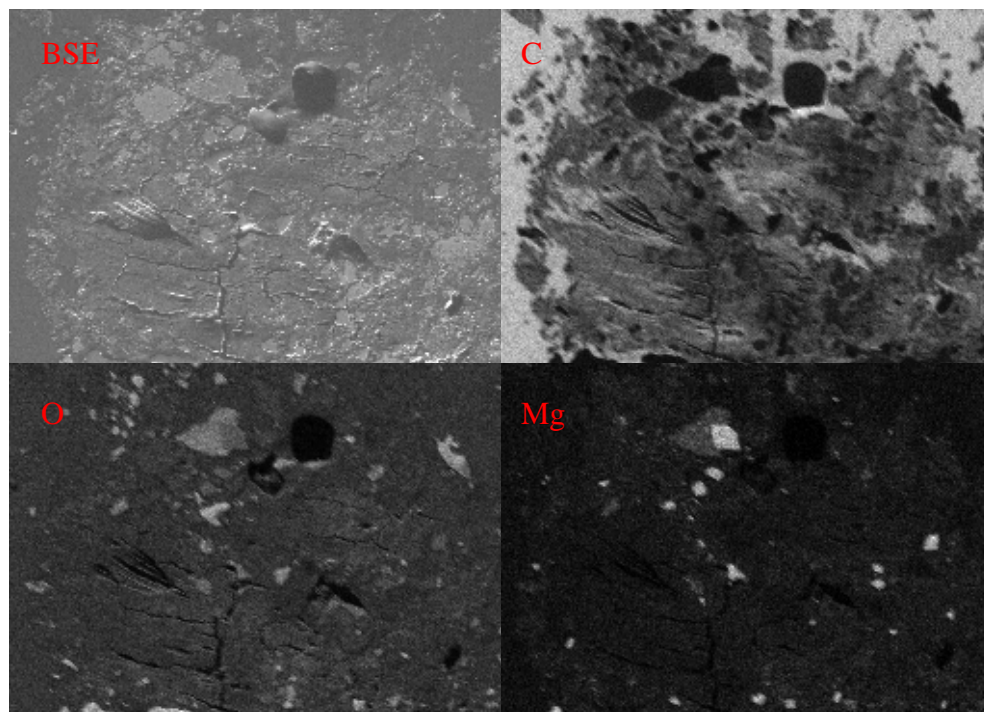
Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

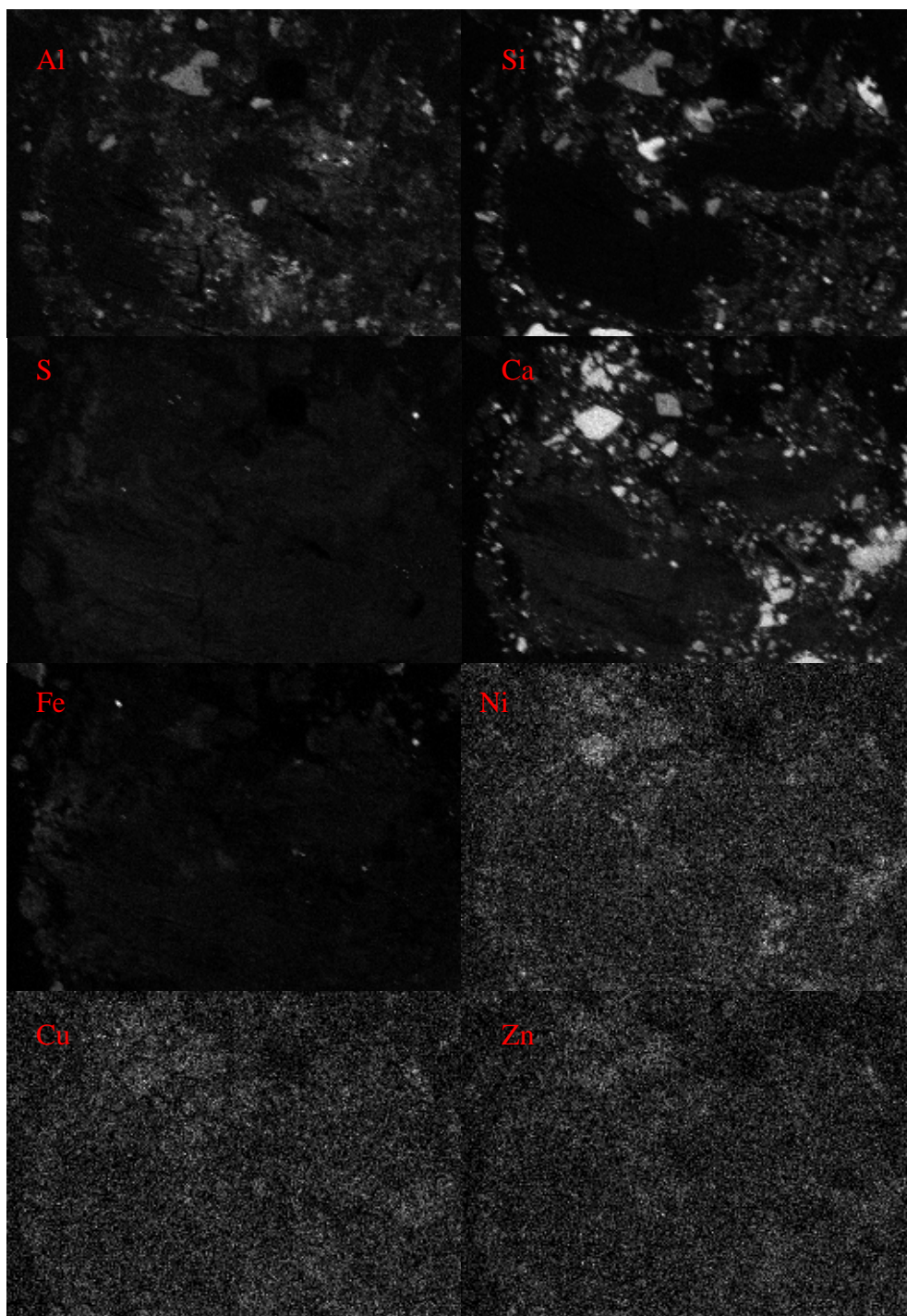
Le grain supérieur droit est de type chalcopirite (CuFeS_2) alors que le grain inférieur gauche est un zircon (ZrSiO_4).

Le cuivre analysé dans cet échantillon (0,002 % massique) ne suffit pas à expliquer toute la répartition du soufre analysé (1,08 % massique). Il faut donc fouiller encore la section pour trouver d'autres types de phase porteuse du soufre.



Image en électron rétrodiffusés au MEB





Cartographie élémentaire par spectrométrie des rayons X

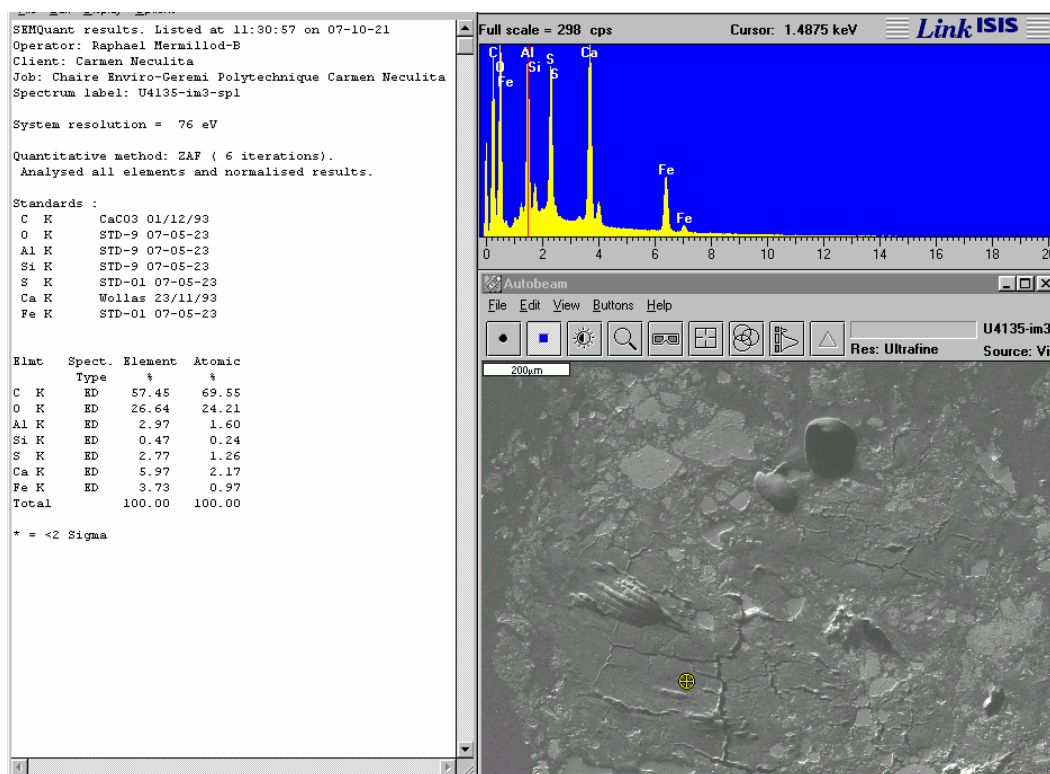


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Il semble qu'une bonne partie du soufre soit présente sous forme de précipitation diffuse dans les particules organiques. Le soufre est associé à l'oxygène, à l'aluminium, au calcium et au fer, sans doute sous forme de sulfate. Une analyse chimique du soufre sous forme sulfate serait souhaitable. Il conviendra de faire attention à ne pas dissoudre d'éventuelles phases sulfurées précipitées, sans doute avec une digestion à l'eau plutôt qu'à l'acide chlorhydrique.

L'image de cartographie des rayons X du soufre présente une sorte d'ombrage de très faible intensité compte tenu de la présence d'un grain haute teneur en S en haut à gauche de l'image (c'est l'effet de la normalisation des teintes de gris à 255, le grain brillant est placé à la teinte 255 et les autres teintes de teneur plus beaucoup faibles s'ajustent par rapport à la teneur forte). La présence de Cu, Zn et Ni ne peut pas être confirmée compte de la faible résolution de leur image respective, les teneurs semblent être très basses et confondues dans le bruit de fond.

Zoom de l'image précédente BSE, sur le grain en haut à droite

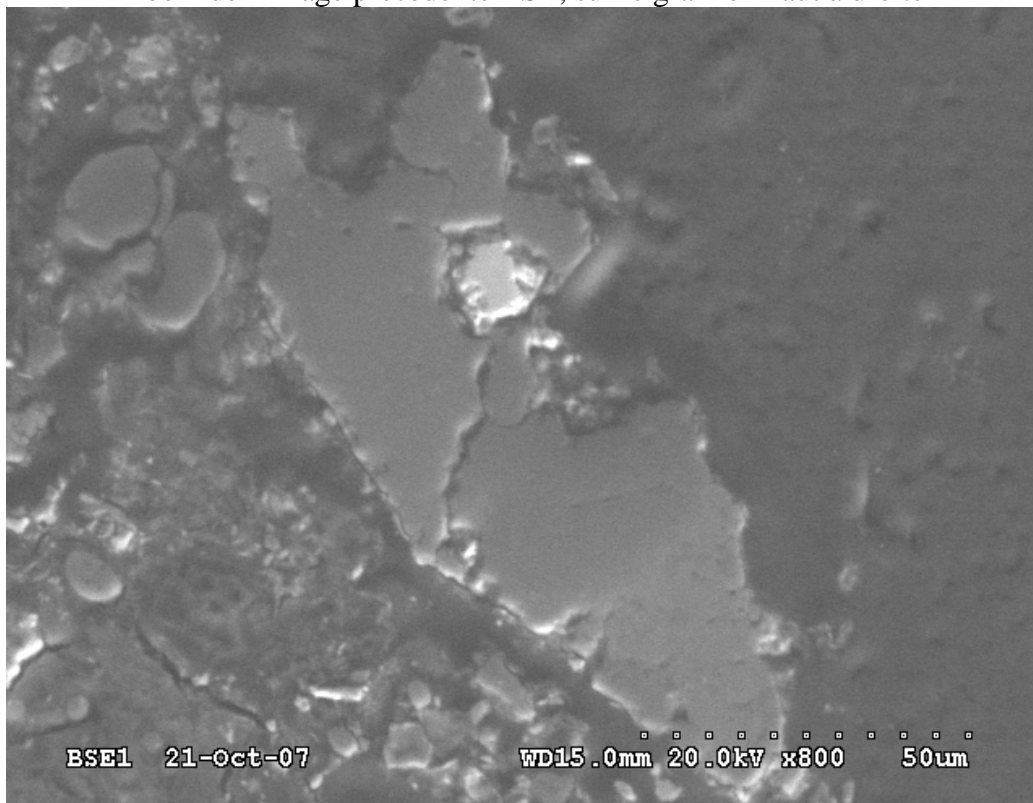


Image en électron rétrodiffusés au MEB

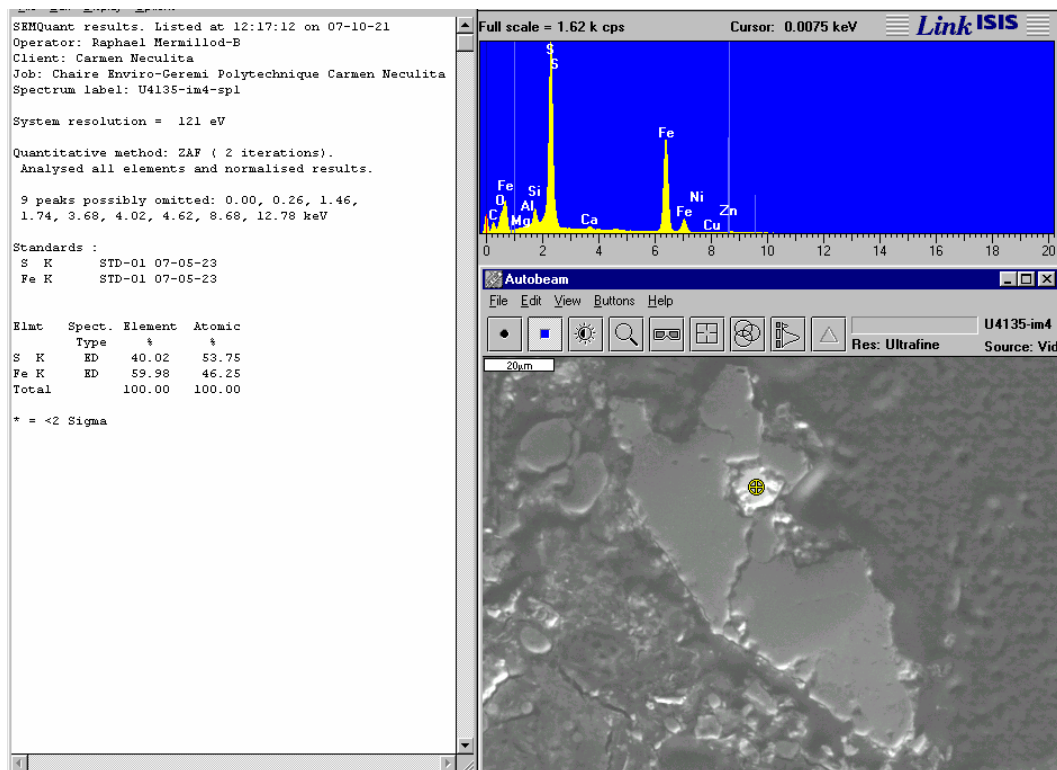


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Certains grains de pyrrhotite (Fe_{1-x}S) peuvent être aussi observés. Cependant, puisqu'ils se présentent sous forme de phases bien cristallisées et incluses dans des grains de silicates, comme ça été le cas de la chalcopryrite, il se pourrait que ces sulfures puissent être initialement présent dans le matériel et ne résultent donc pas de l'action des BSR. Une analyse chimique du matériel initiale est donc vivement conseillée.

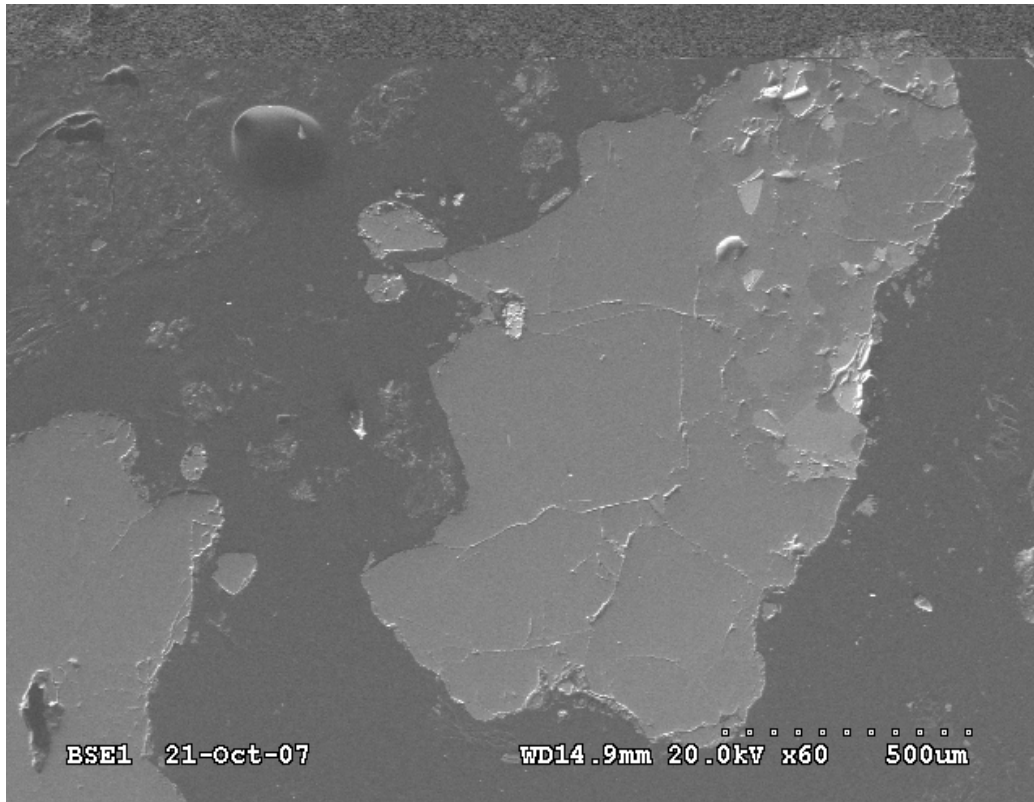


Image en électron rétrodiffusés au MEB

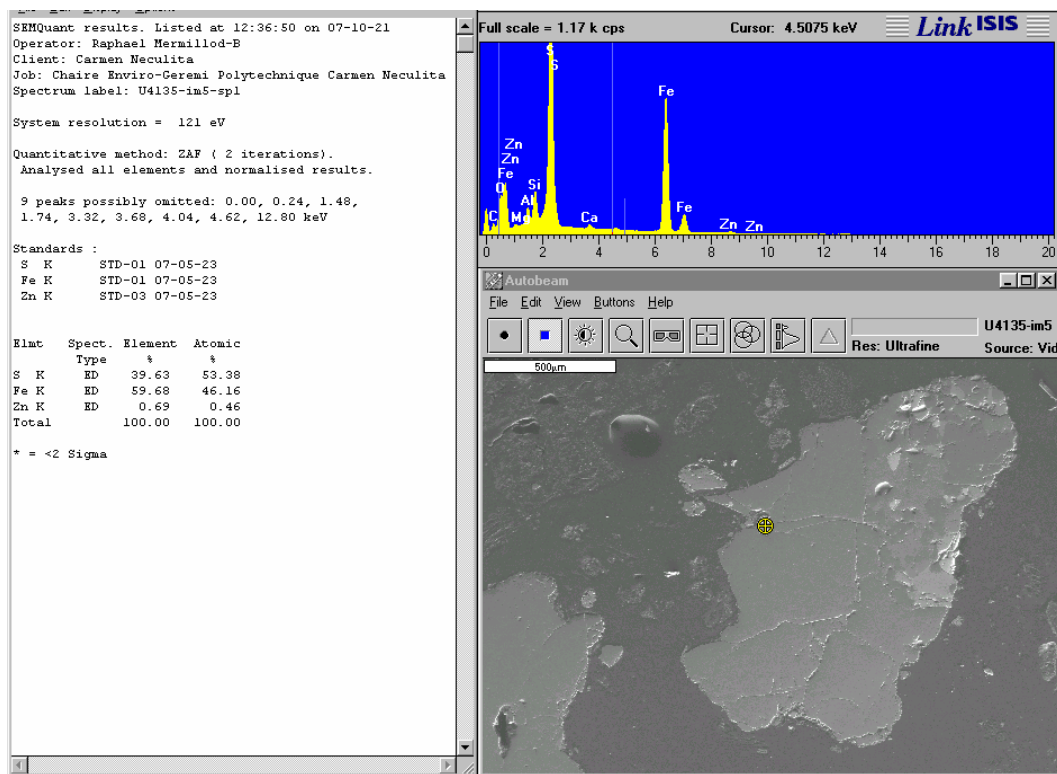


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

De nouveau un grain de pyrrhotite (Fe_{1-x}S) bien cristallisé et inclus dans un silicate. Cette pyrrhotite possède un peu de zinc en impureté.

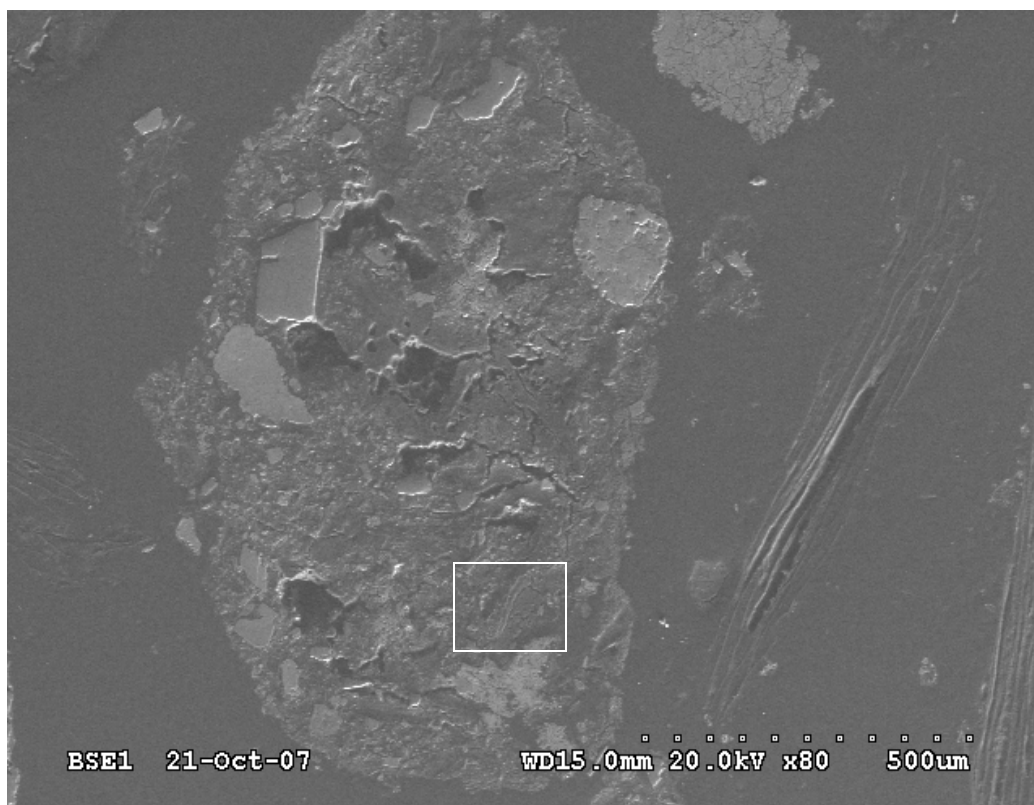


Image en électron rétrodiffusés au MEB

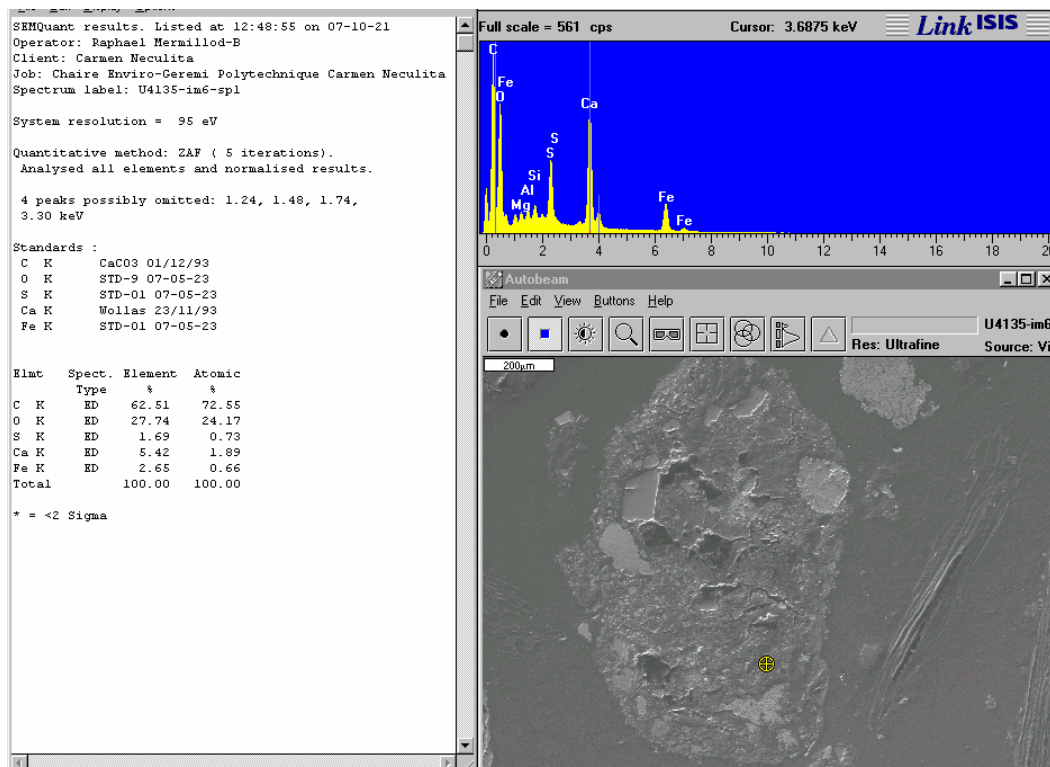
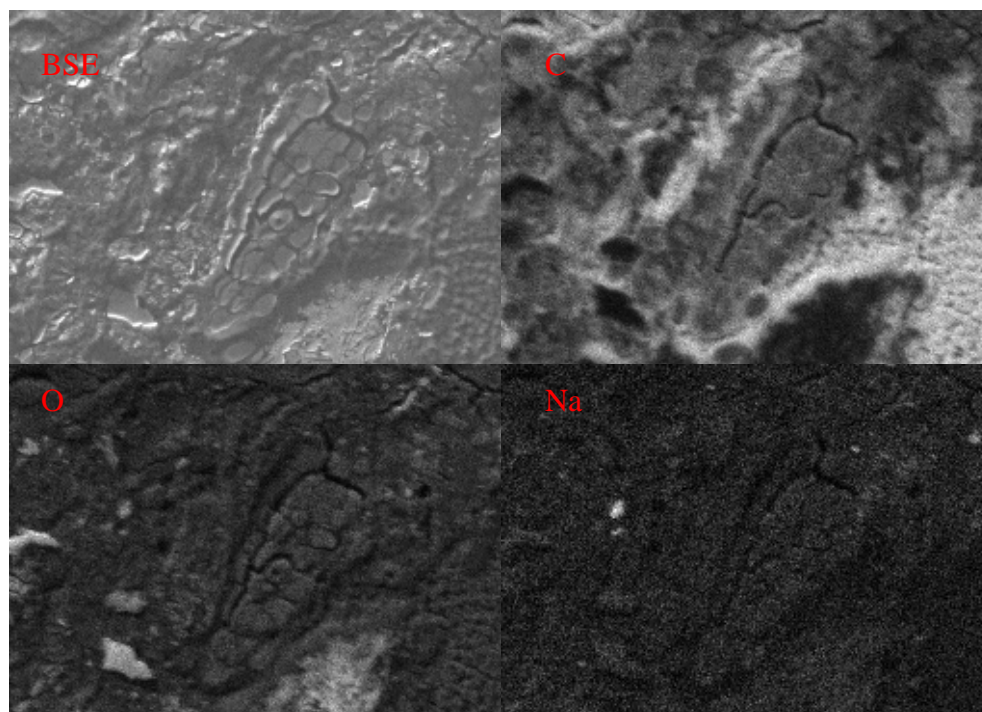


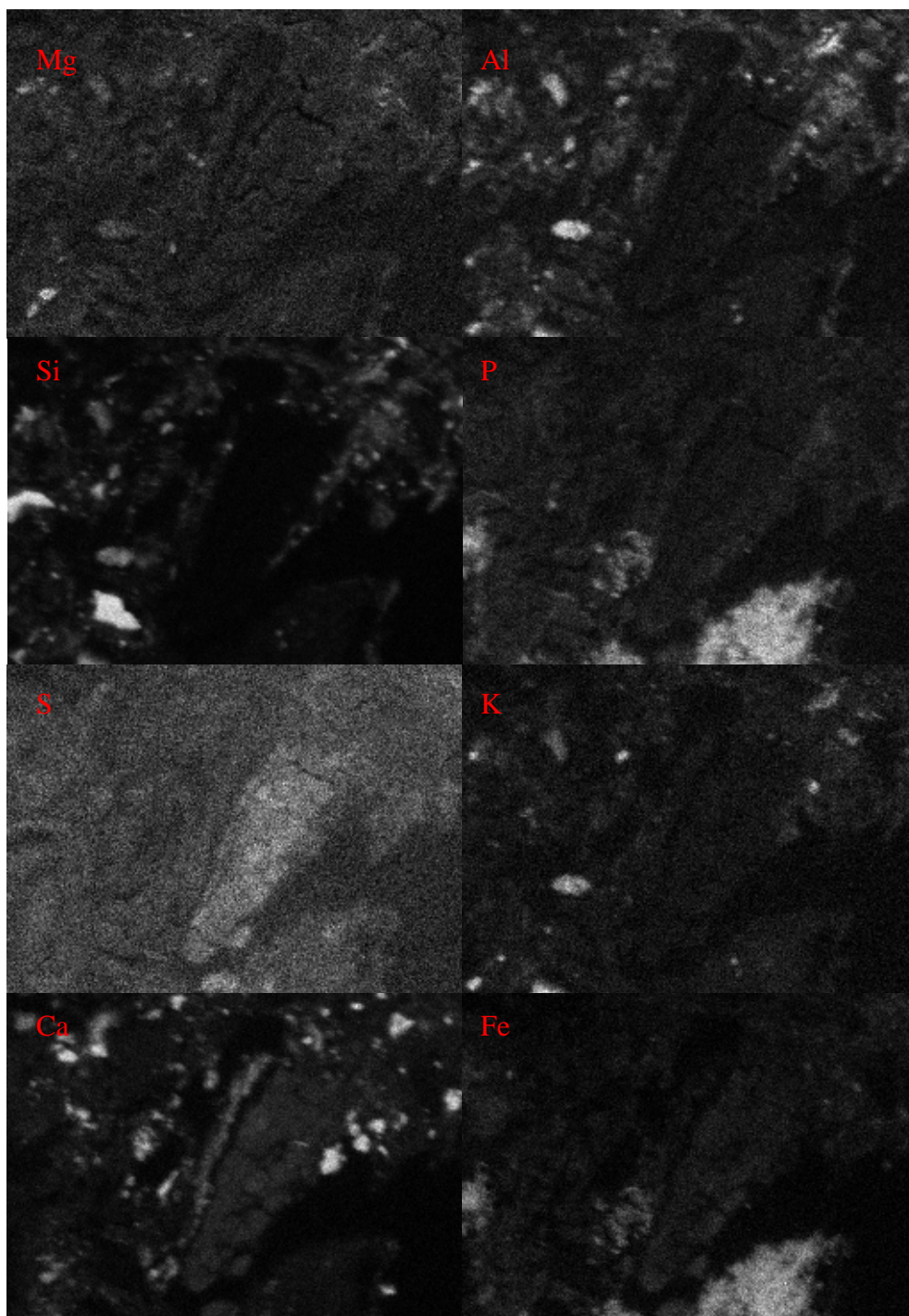
Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

De nouveau du S associé avec Fe, Ca et O dans un grain qui semble un agglomérat de plusieurs phases de nature différents



Image en électron rétrodiffusés au MEB





Cartographie élémentaire par spectrométrie des rayons X

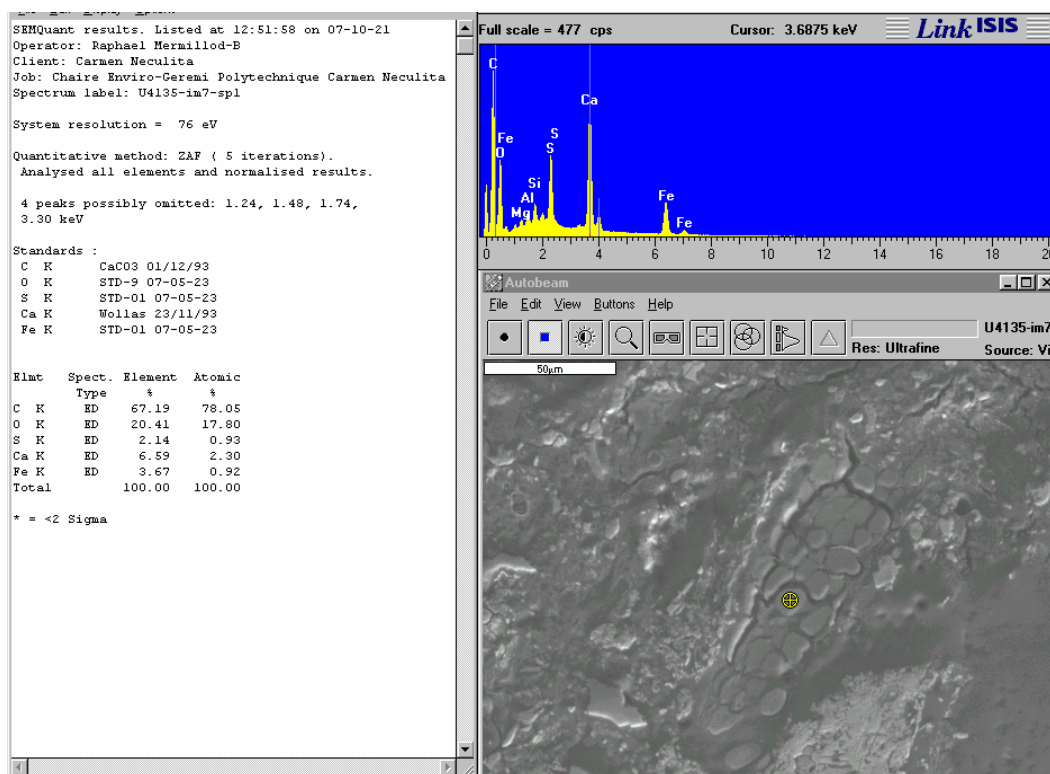


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Une analyse zoomée de l'image précédente permet d'observer la texture en cousin de phases porteuses de S, Ca, Fe et O. Il pourrait s'agir de sulfates. La texture craquelée pourrait être attribuable à la préparation par polissage sous eau.

5.4. Échantillon U4134

L'échantillon U4134 correspond à la quatrième tranche du bas de la colonne #4. Il possède une teneur en S avoisinant 0.8 % massique, des teneurs en Ni et Zn non négligeables (0,49 et 0,35 % massique respectivement) et une très faible teneur en Cu tout comme les échantillons précédents.

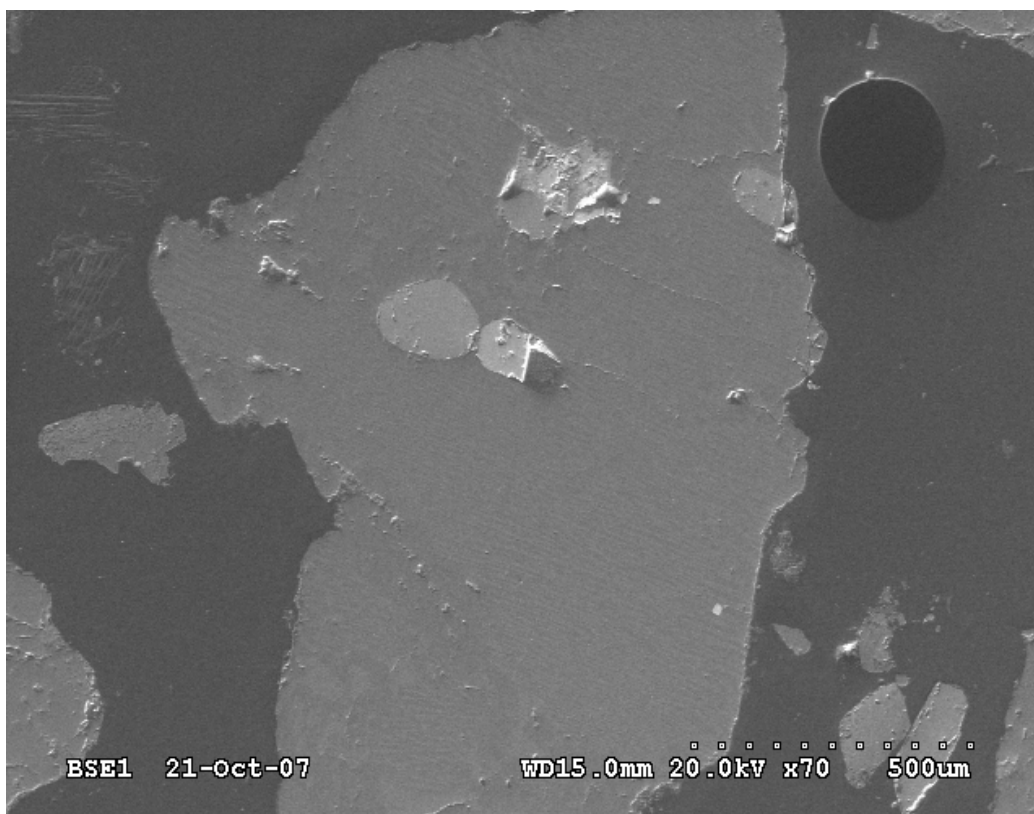


Image en électron rétrodiffusés au MEB

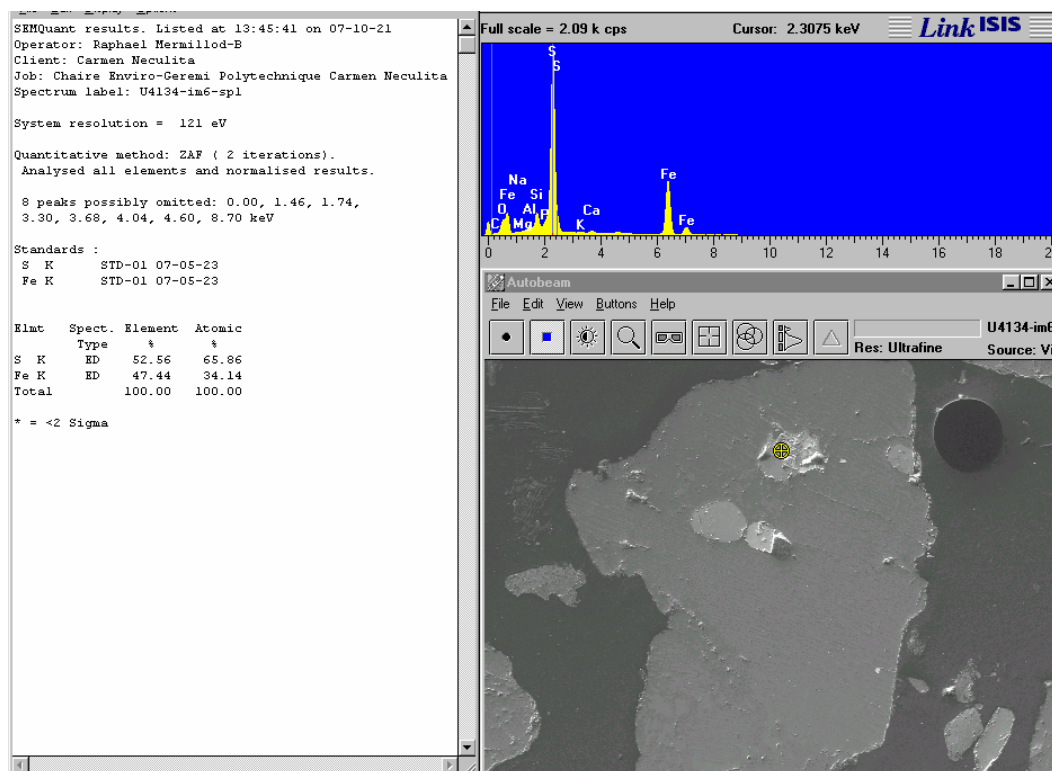


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Comme dans l'échantillon précédent, on note la présence de sulfures bien cristallisés et inclus dans des silicates, ici une pyrite

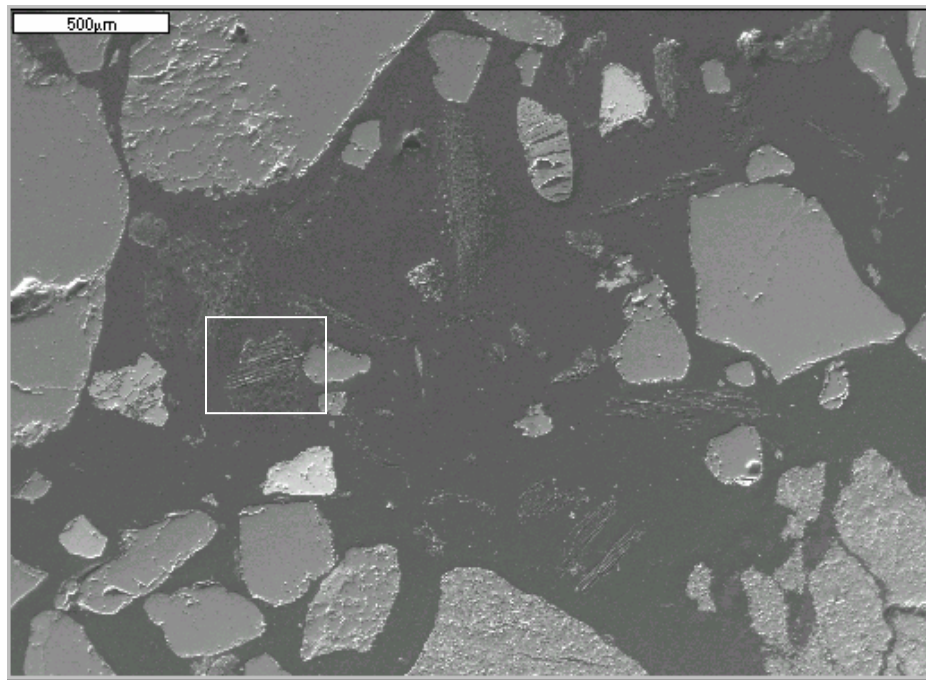


Image en électron rétrodiffusés au MEB

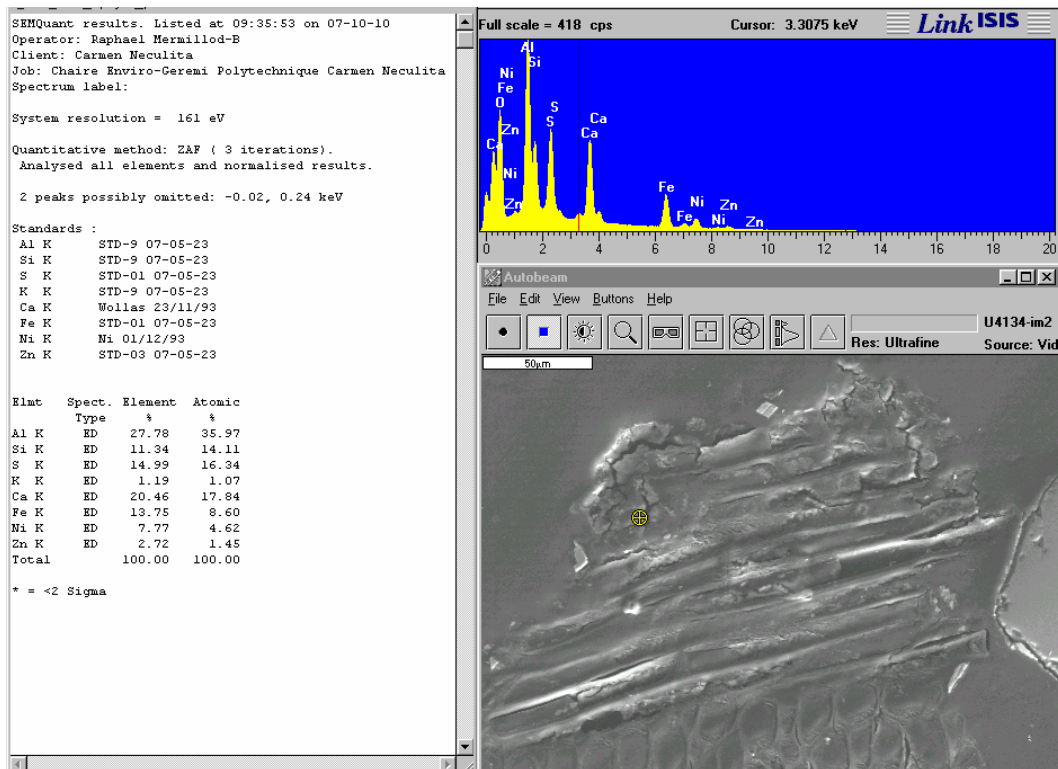


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

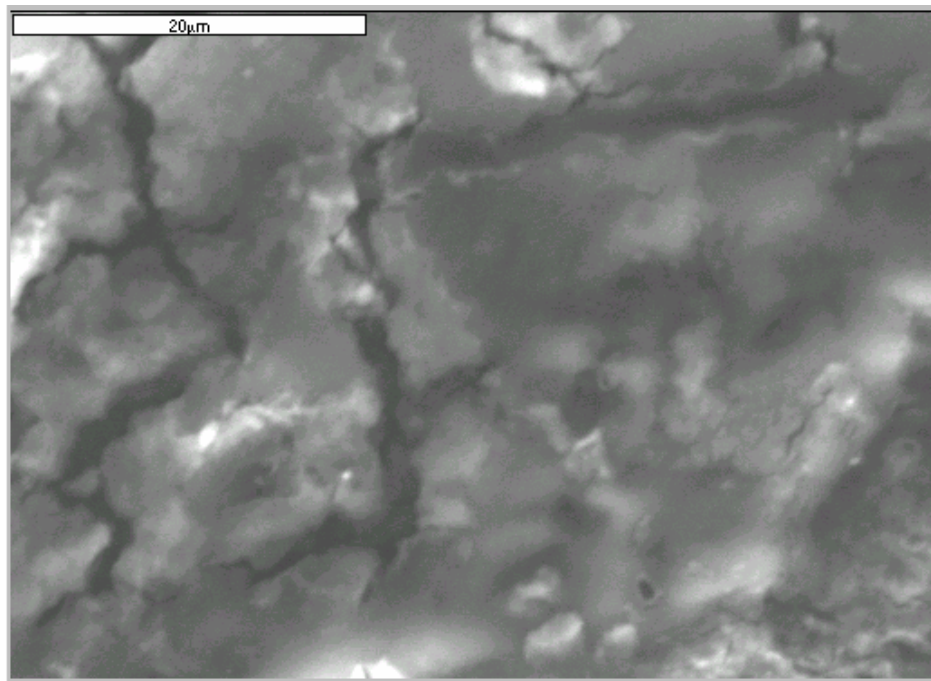
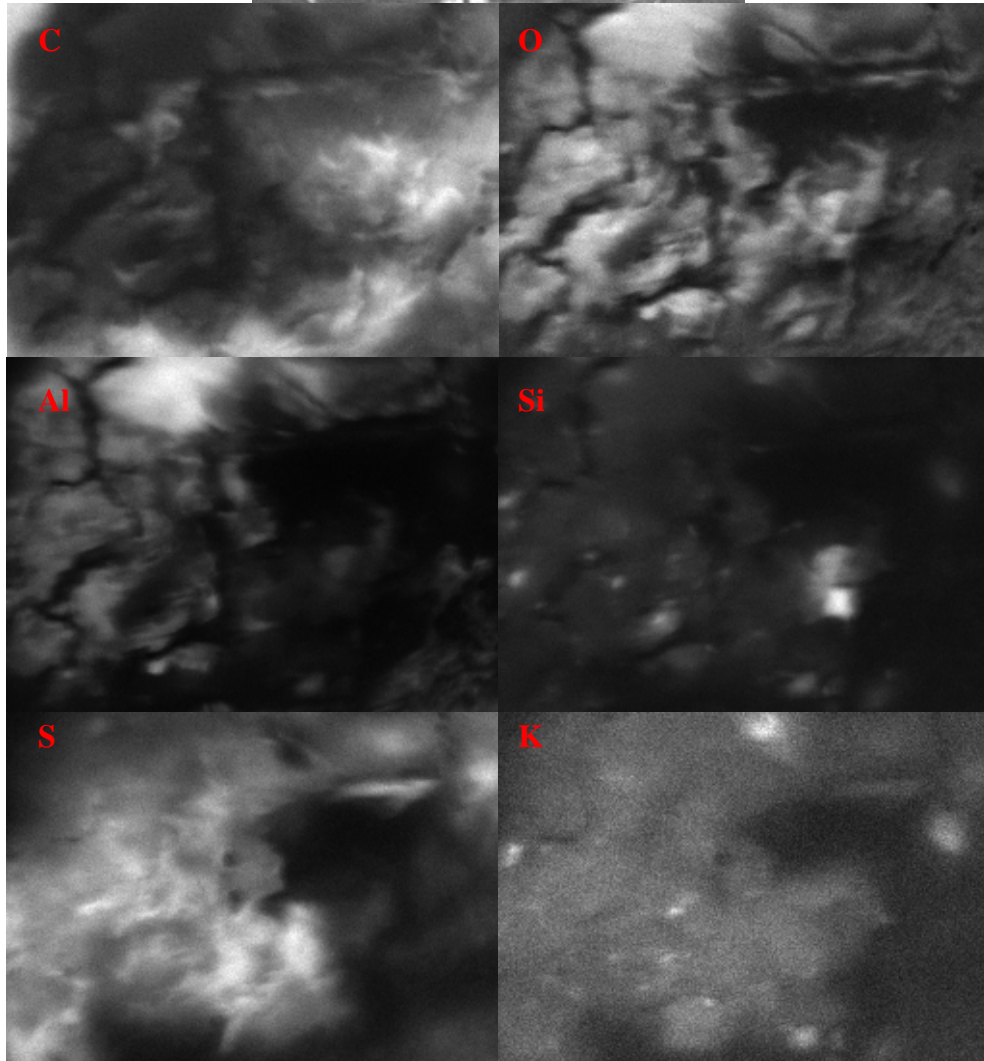
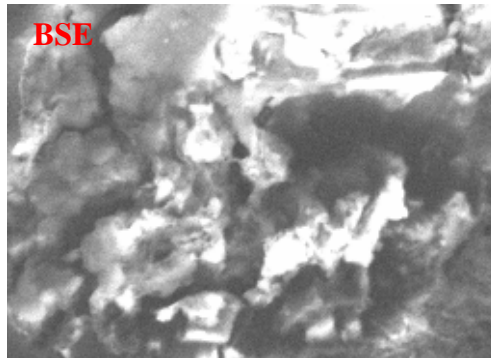
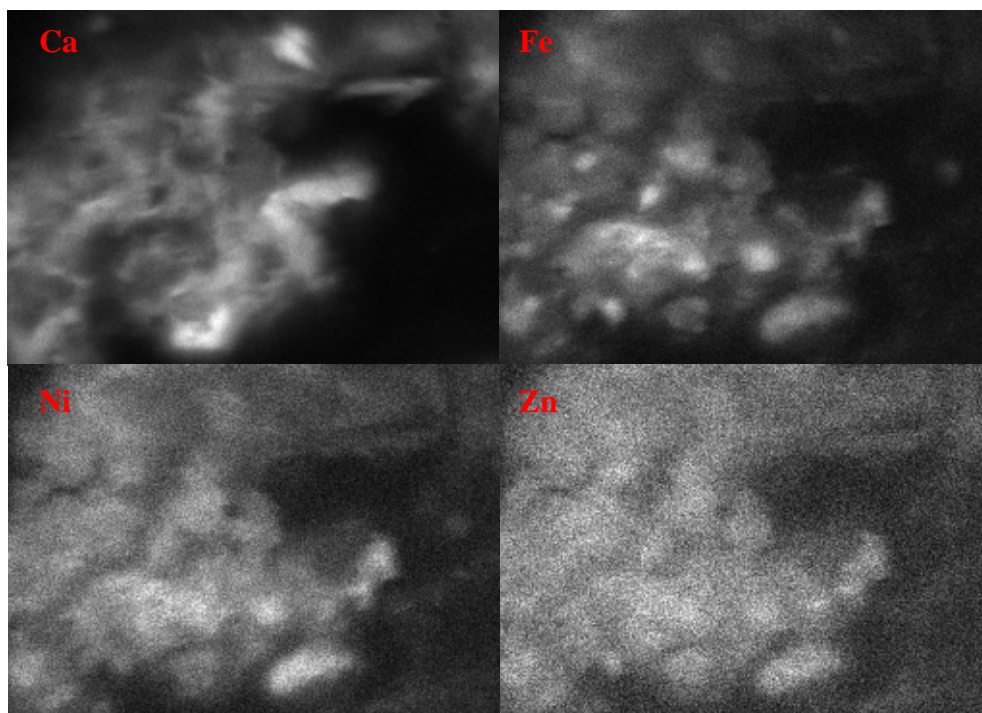


Image en électron rétrodiffusés au MEB





Cartographie élémentaire en spectrométrie des rayons X

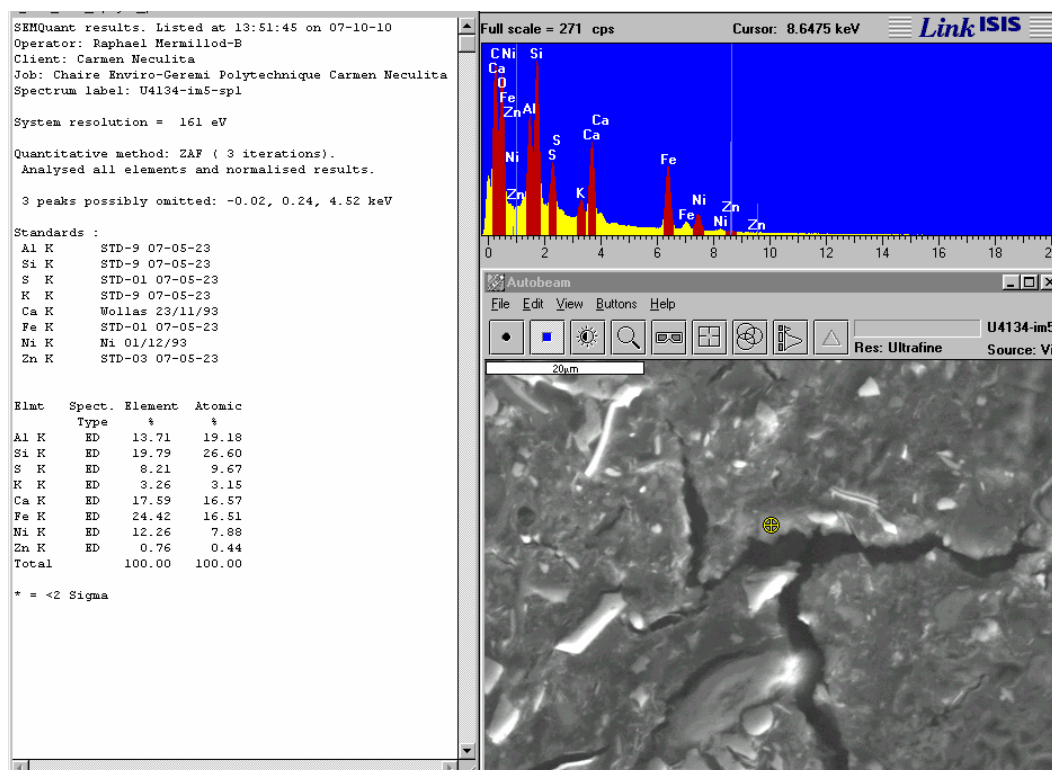


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée

Certaines zones présente une diversité élémentaire où le S et le Ni apparaissent de manière non négligeable dans des phases majoritairement porteuse de Si, O, Al, Ca et Fe.

Les bandes rouges représentent les zones énergétiques utilisées pour la cartographie élémentaire des différents éléments sélectionnés.

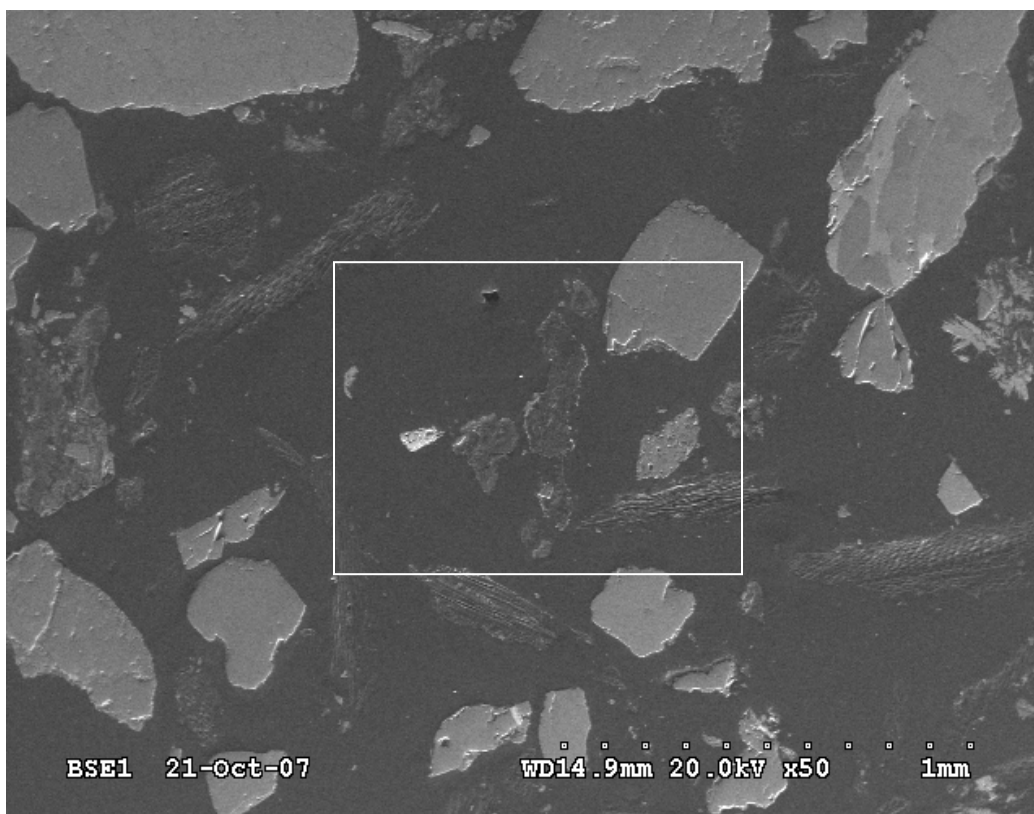


Image en électron rétrodiffusés au MEB

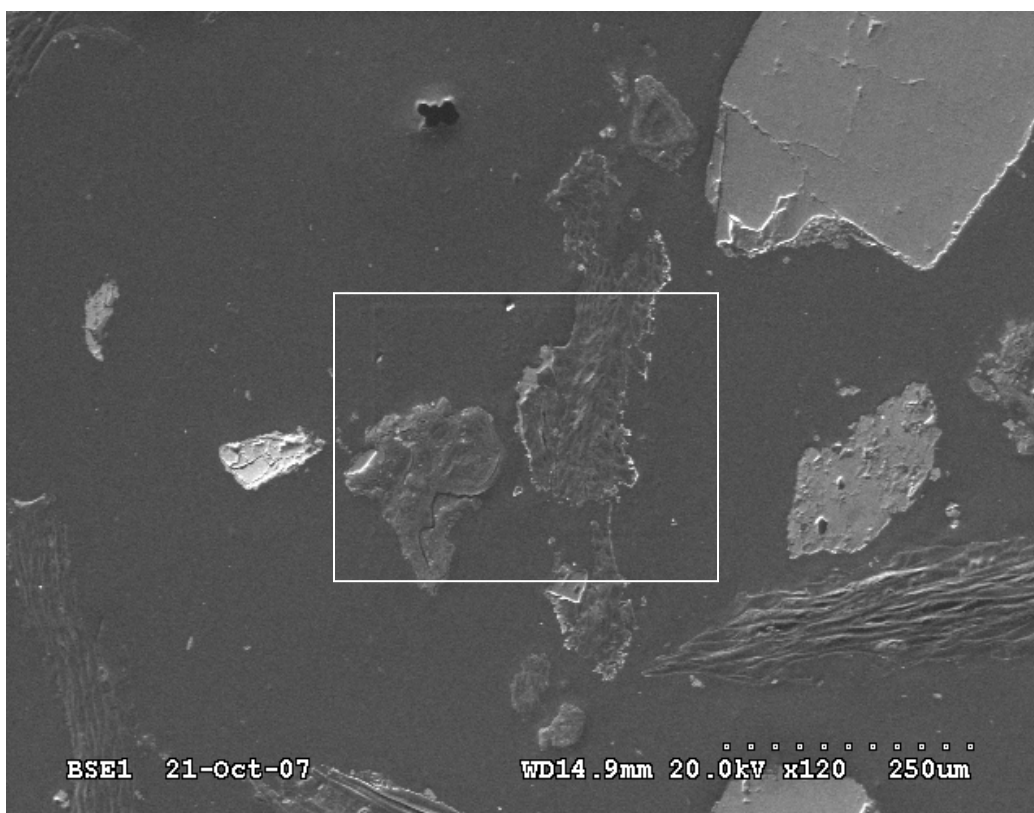


Image en électron rétrodiffusés au MEB

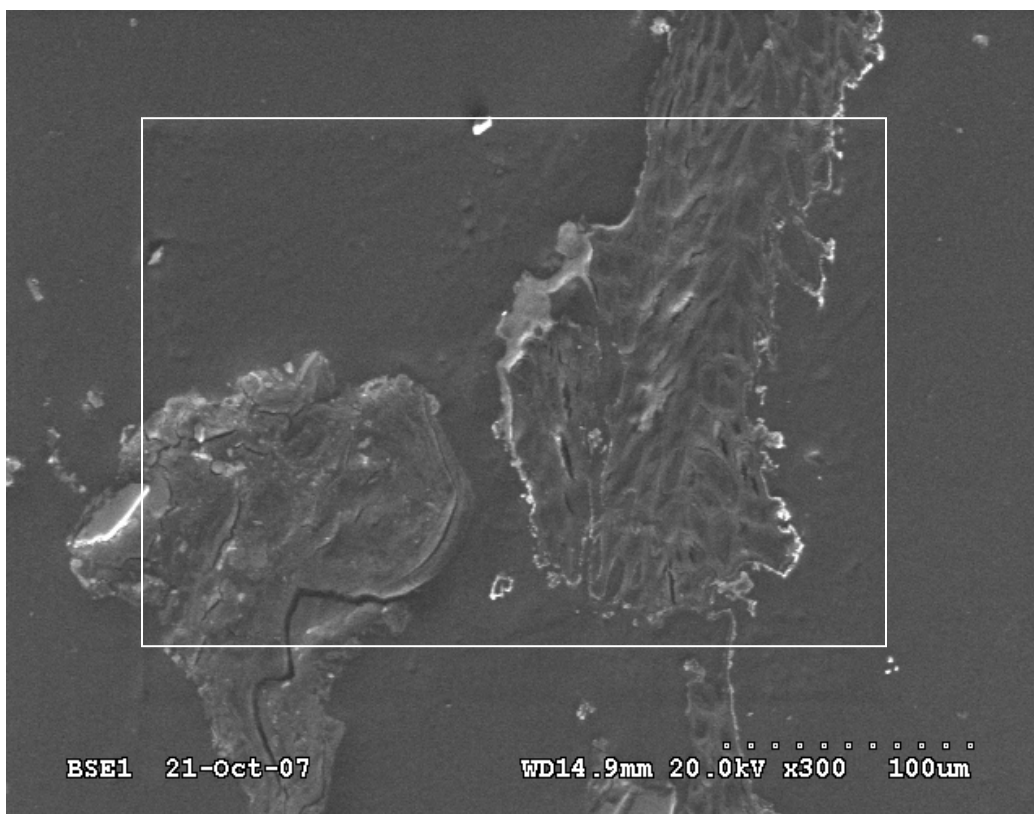


Image en électron rétrodiffusés au MEB

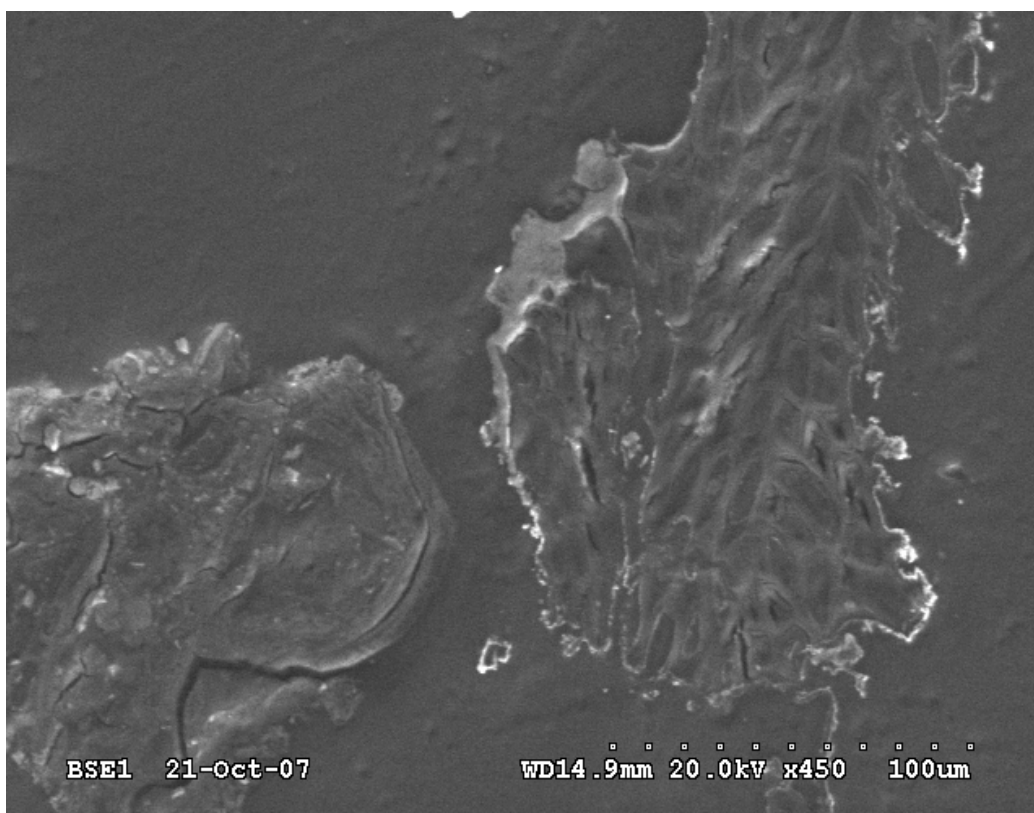
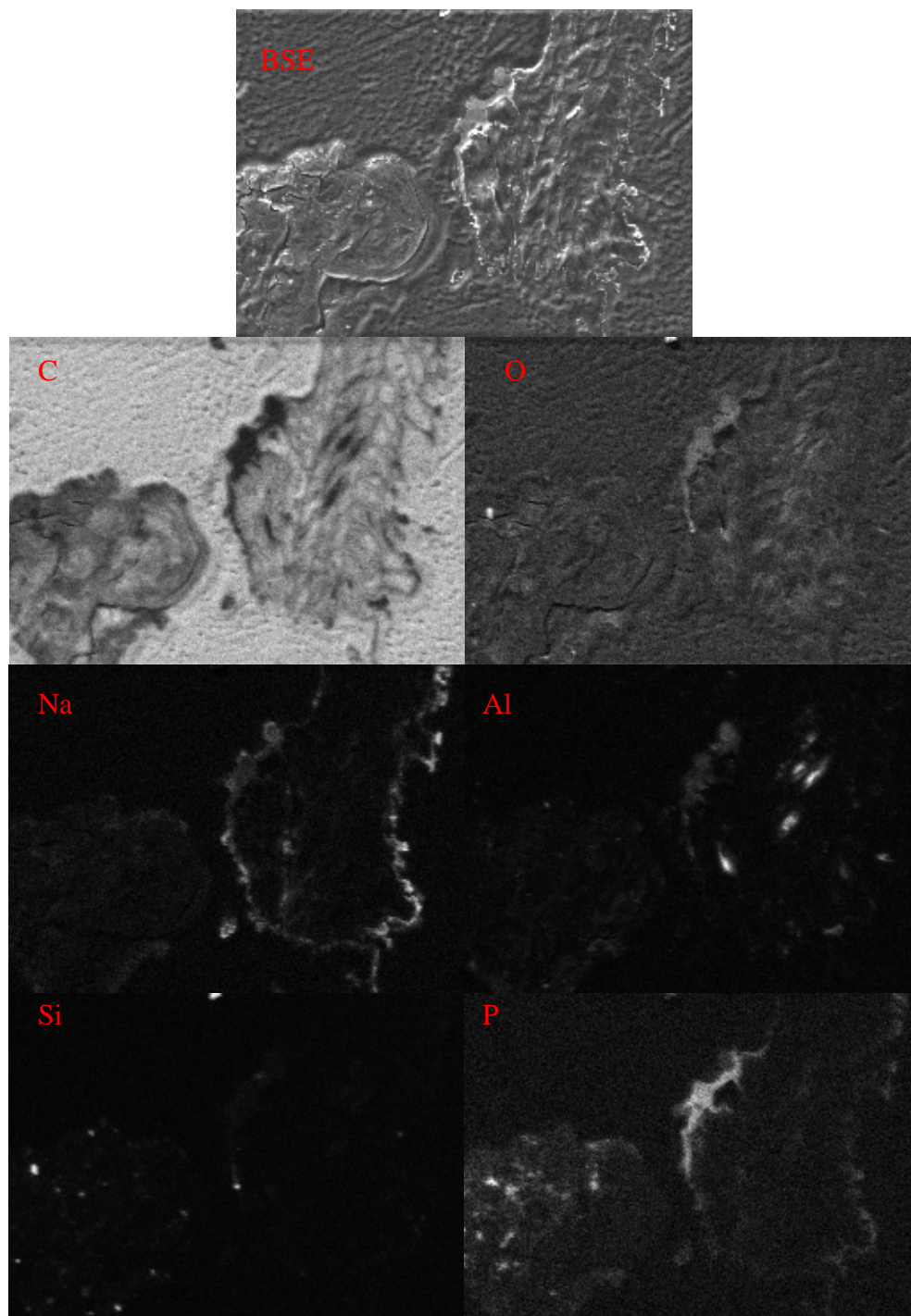
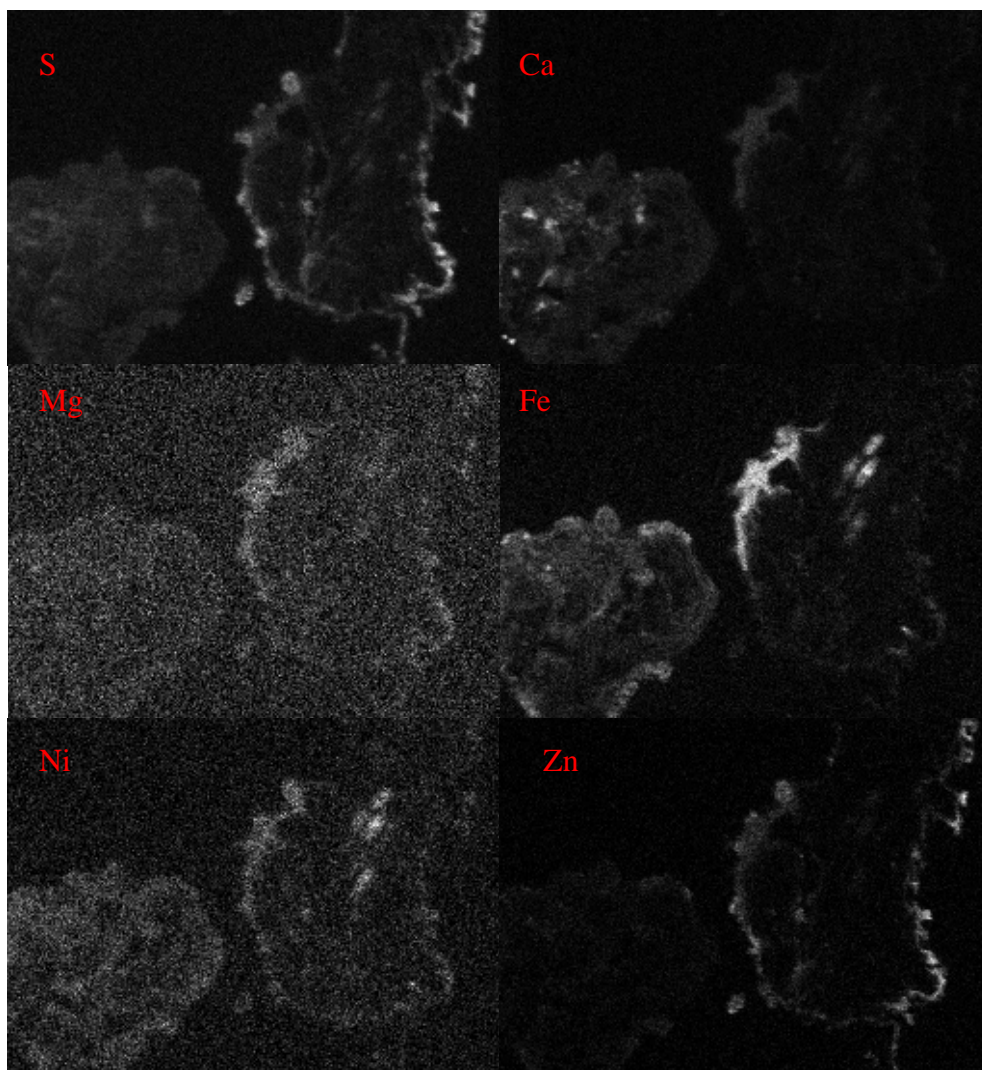


Image en électron rétrodiffusés au MEB



Cartographie élémentaire par spectrométrie des rayons X



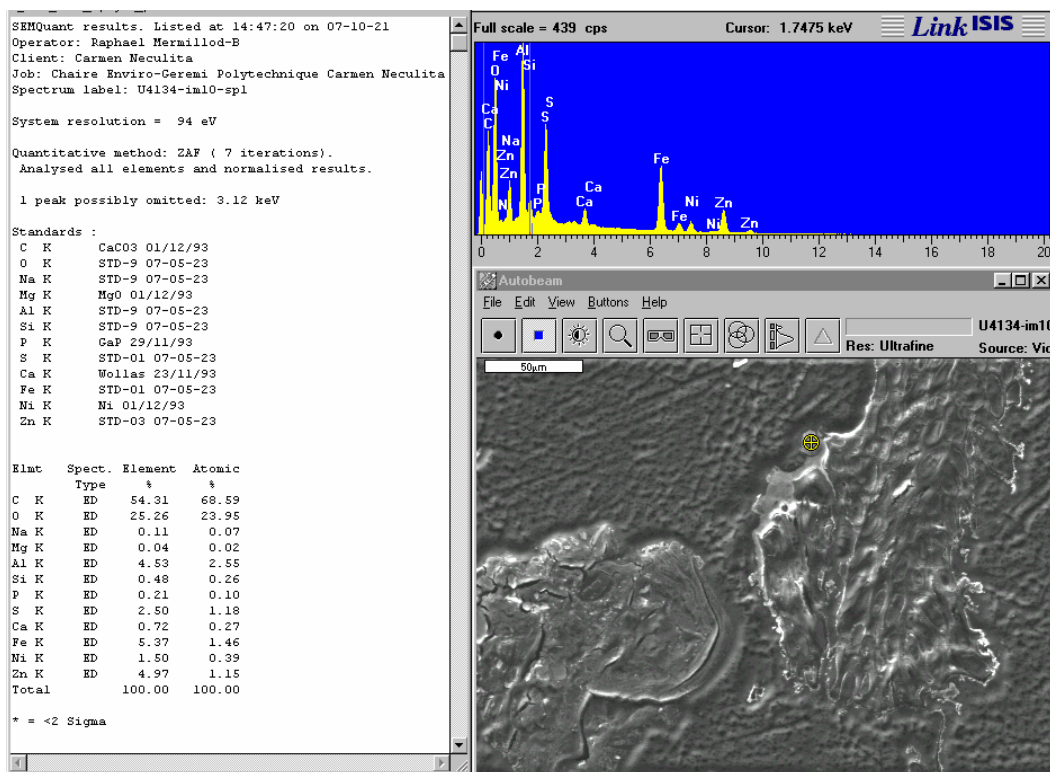


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée (les analyses C et O sont données à titre indicatif seulement)

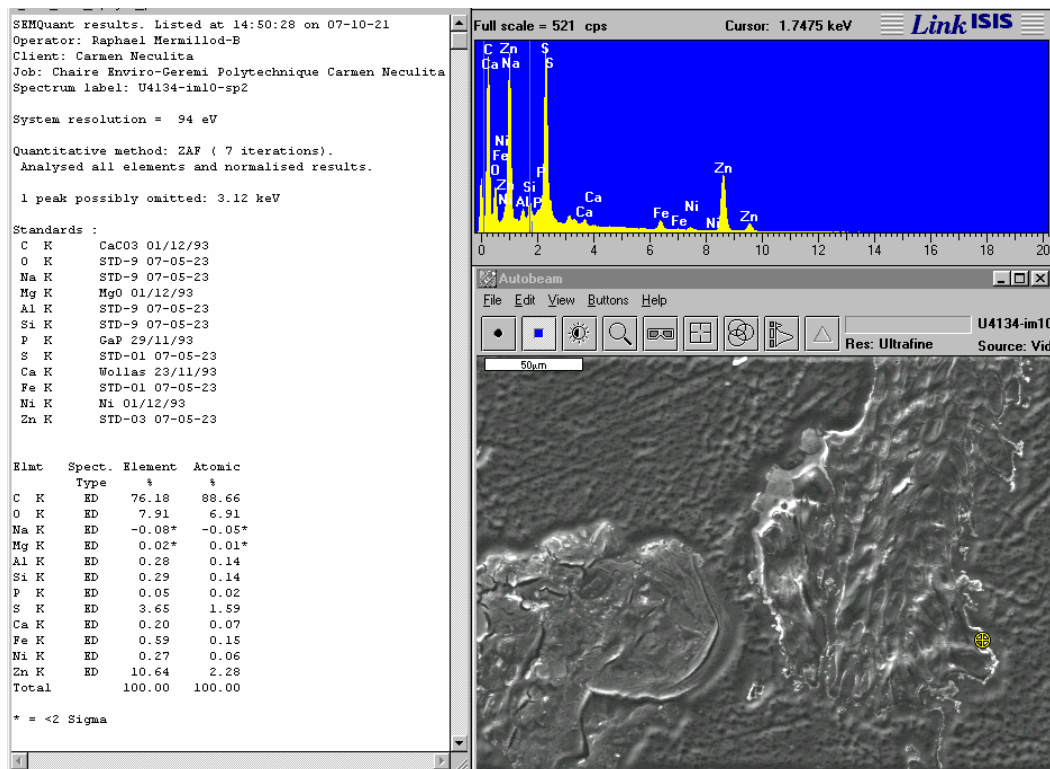


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée (les analyses C et O sont données à titre indicatif seulement)

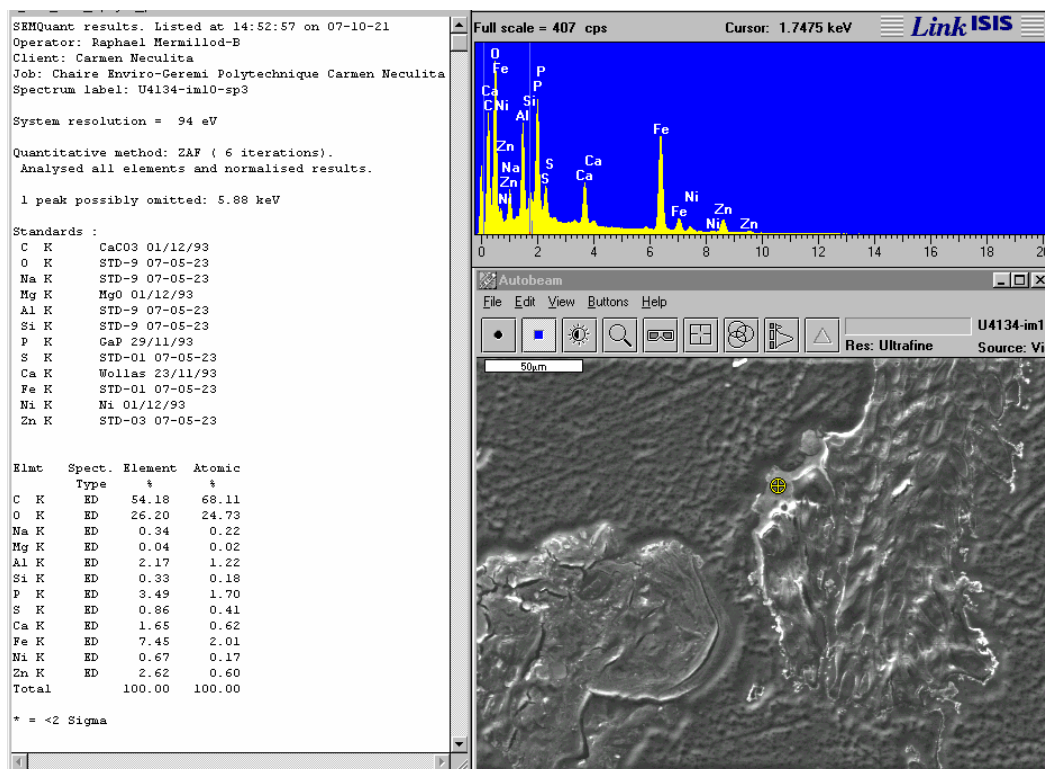


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée (les analyses C et O sont données à titre indicatif seulement)

Les analyses qui viennent d'être présentés semblent présenter des phases précipitées en surfaces de fibres organiques. Les éléments S, Ni, Zn y sont présents mais semblent minoritaire par rapport au Fe, Al, P et Ca. L'oxygène est nettement présent même si sa quantification ne peut être utilisé tel que présentée car elle est généralement peu représentative par analyse au MEB. La diversité élémentaire de ces zones limite l'affiliation minéralogique des précipités. Une zone à forte teneur en Zn présente cependant une exclusivité de Zn et S dans un rapport Zn/S d'environ 3/1.

La cartographie élémentaire illustre bien les distributions en recouvrement externe de la fibre des éléments tels que S, Fe, Zn, Ni et P. La présence du S est très corrélée avec celle du Zn et du Ni. La répartition du Fe est quand à elle fortement liée au P.

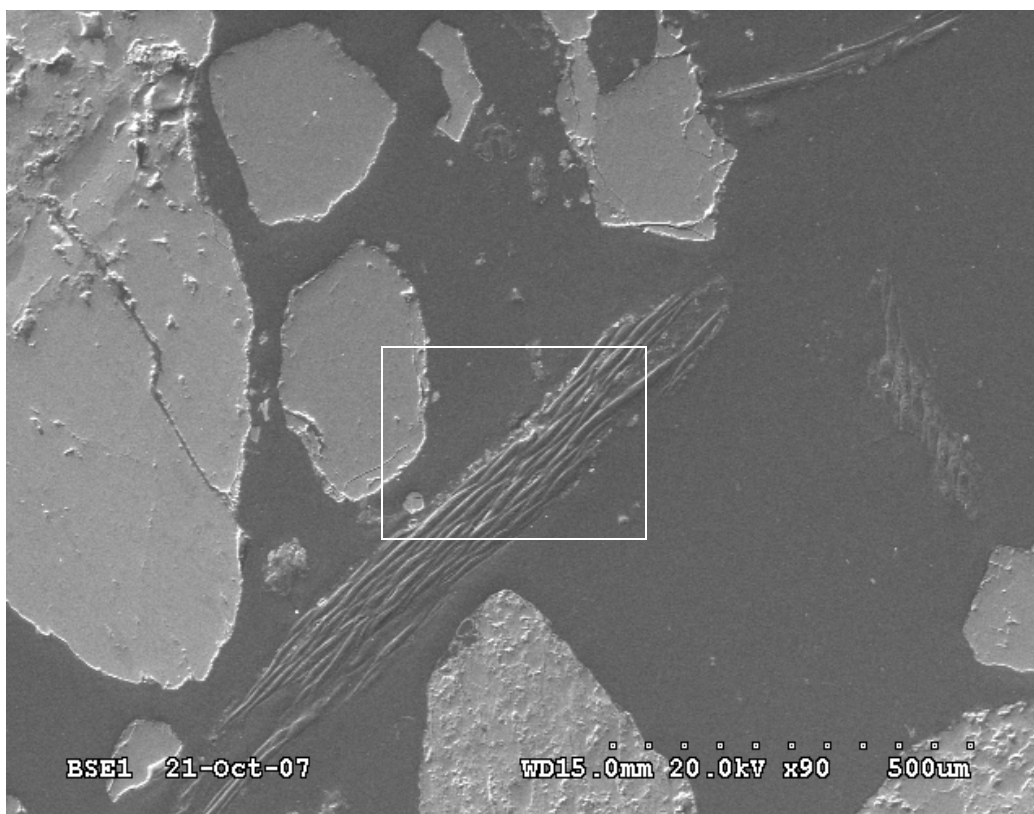


Image en électron rétrodiffusés au MEB

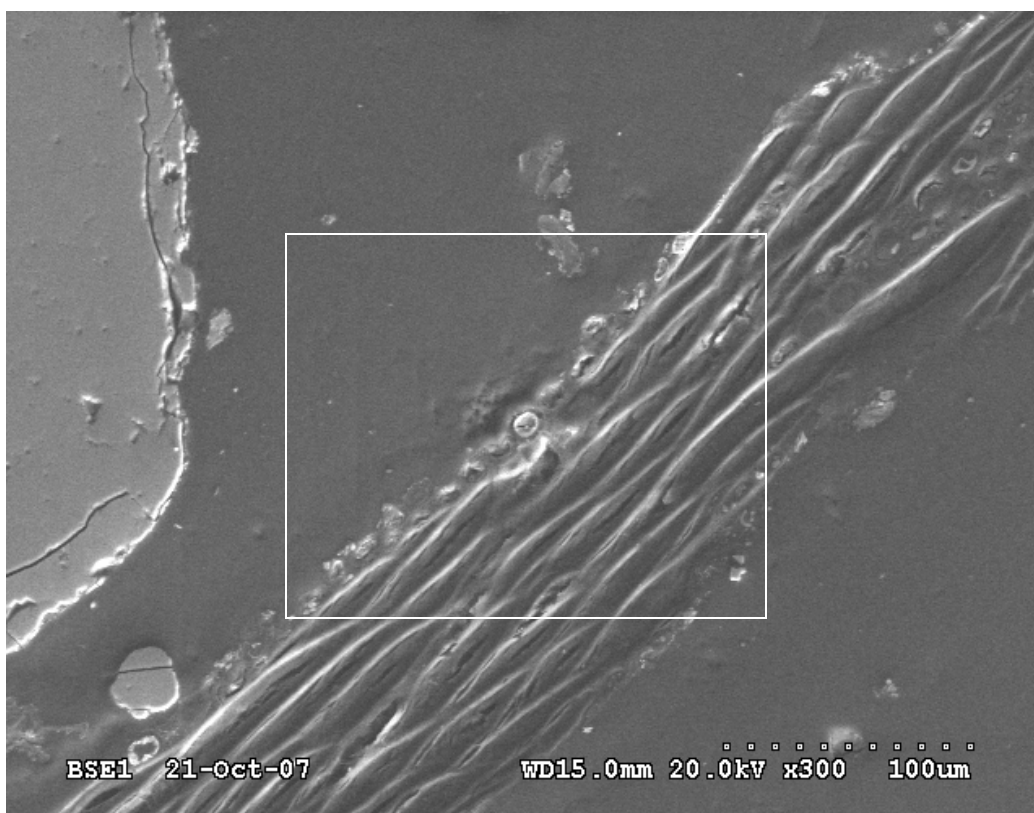


Image en électron rétrodiffusés au MEB

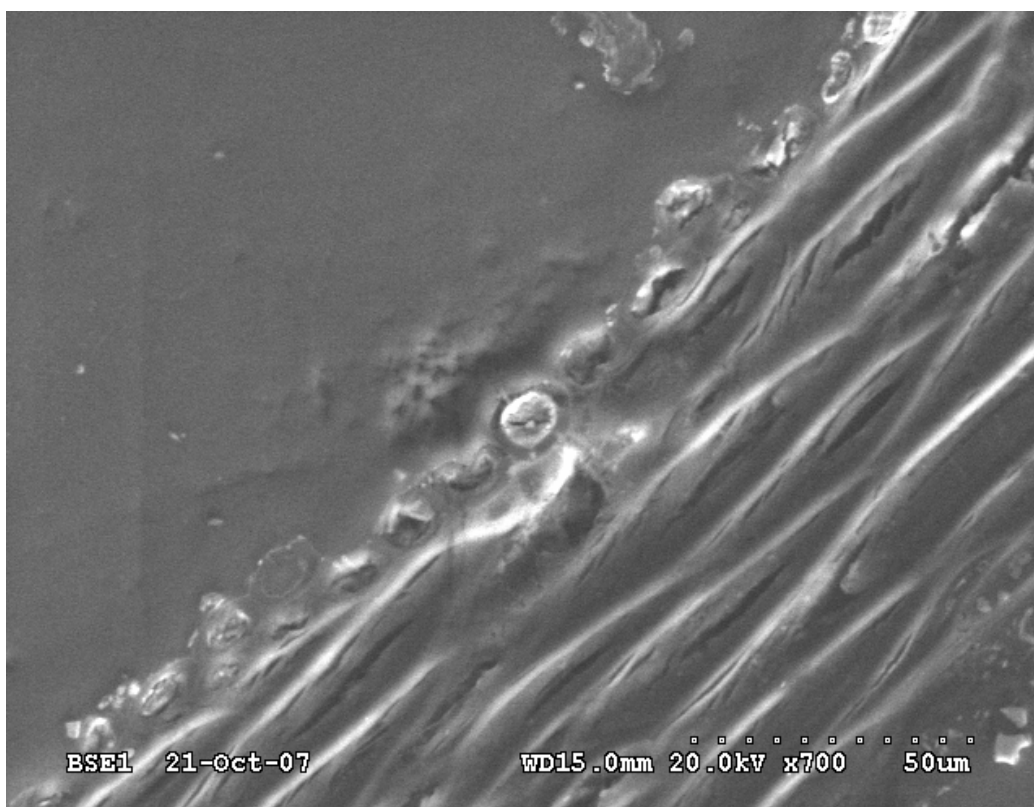
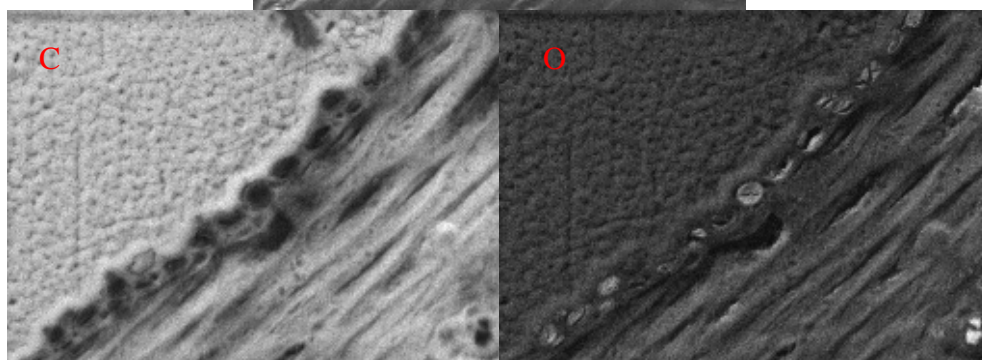
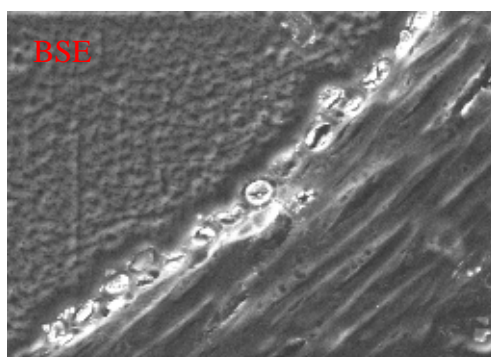
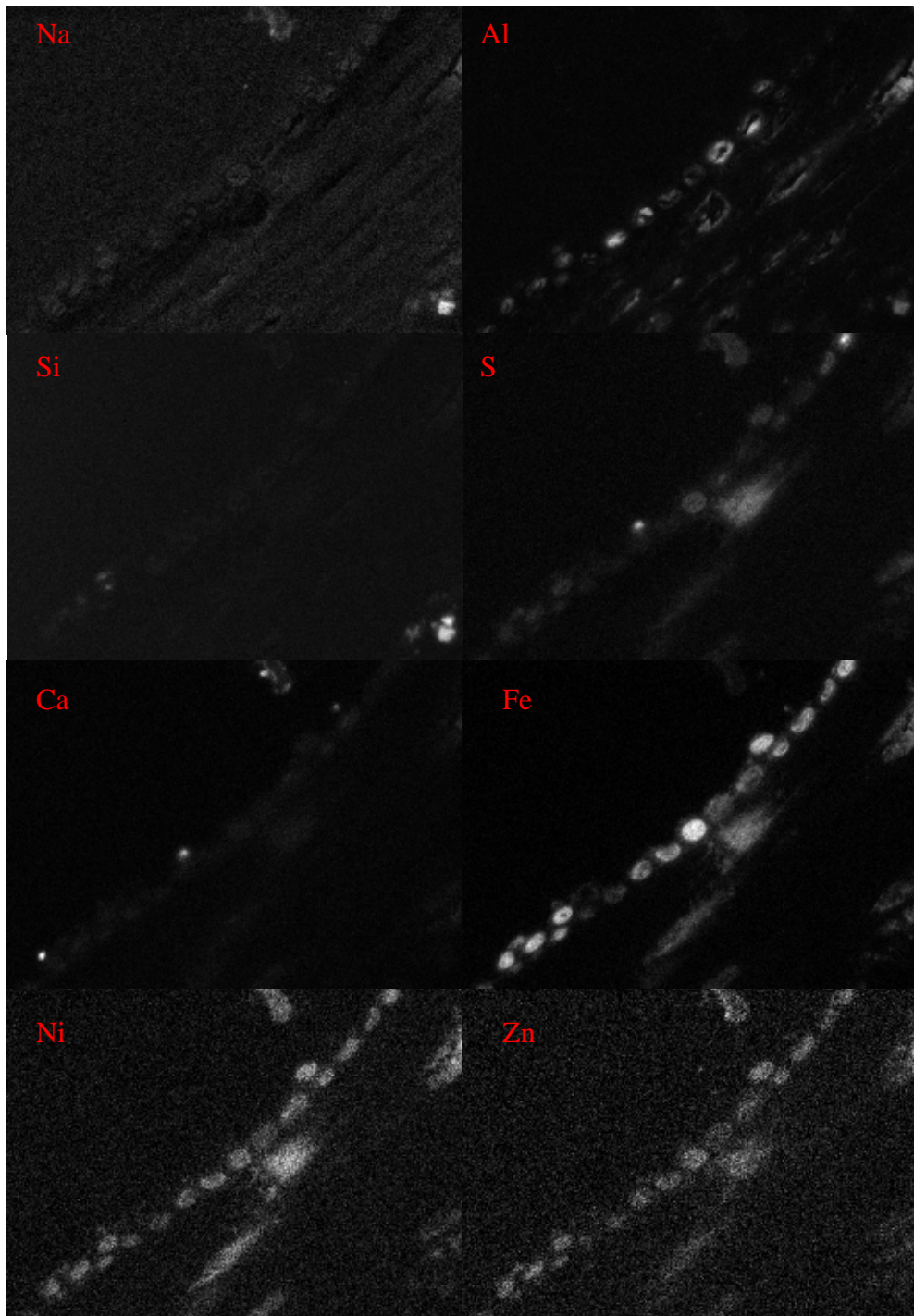


Image en électron rétrodiffusés au MEB





Cartographie élémentaire par spectrométrie des rayons X

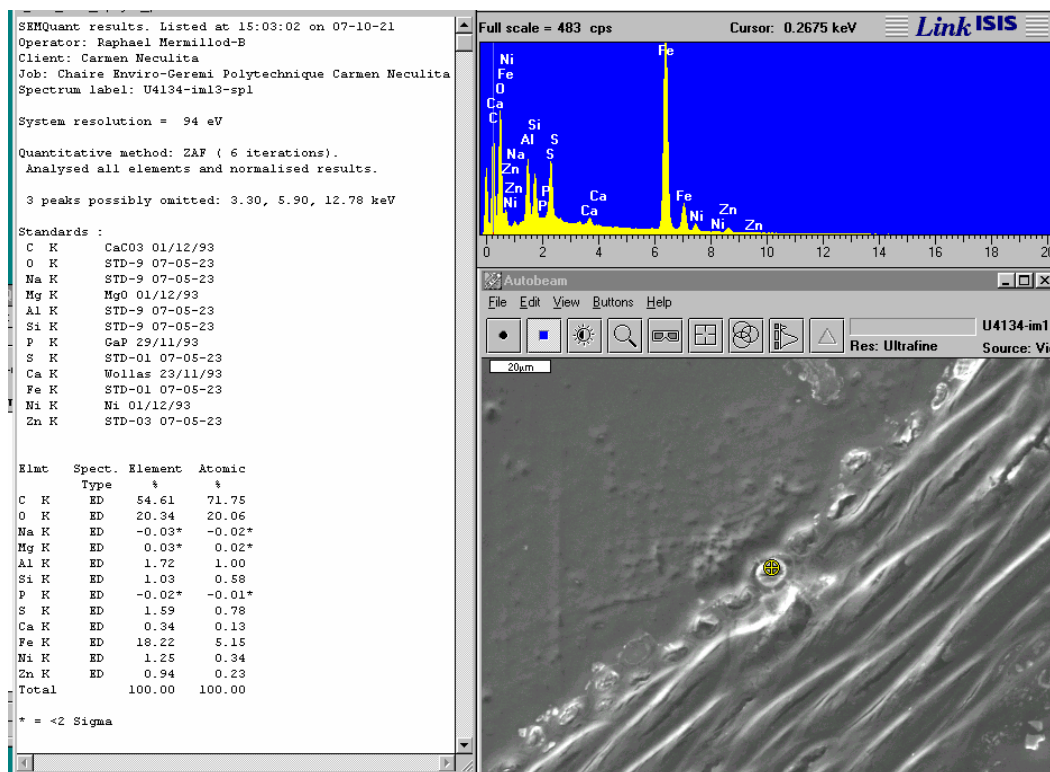


Image en électron rétrodiffusés au MEB avec analyse EDS de la zone ciblée (les analyses C et O sont données à titre indicatif seulement)

On note aussi dans l'échantillon U4134, la présence de billes d'environ 10 µm de phase principalement porteuse de Fe et O, avec la présence de S, Ni et Zn mais aussi de Si, Al. Ces cristallisations semblent prendre place dans les espaces libres des fibres organiques dont la texture bien visible est orientée diagonalement du bas à gauche vers le haut à droite de l'image. L'abondance d'éléments rend l'affiliation minéralogique très difficile.

La cartographie élémentaire présente très bien la répartition en chapelet des éléments métalliques dans les cavités de la première cellulaire couche externe de la fibre.