

Quantification des éléments légers (C, N, O) par EDS en microscopie électronique à transmission : composition de la matière organique et teneur en l'eau des phases altérées

Corentin Le Guillou*¹, Pierre-Marie Zanetta², Hugues Leroux¹, Maya Marinova³, Anne-Marie Blanchenet¹, Francisco De La Peña¹

1: Unité Matériaux et transformation (UMET, UMR 8207), Université de Lille

2: Lunar and Planetary Laboratory, University of Arizona, USA

3: Univ. Lille, CNRS, INRA, Centrale Lille, Univ. Artois, FR 2638 – IMEC – Institut Michel-Eugène Chevreul, F-59000 Lille, France

Jusqu'à récemment, il était difficile de quantifier les éléments légers par EDS dans un microscope électronique à transmission du fait de la sensibilité limitée des détecteurs aux basses énergies (< 1 keV). La nouvelle génération de détecteurs (silicon drift detector) possède une sensibilité améliorée dans cette gamme d'énergie.

Pour mettre à profit ces capacités, nous avons déterminé les coefficients de calibration (k-facteurs) de notre microscope (Titan Themis) pour le carbone, l'azote et l'oxygène en utilisant des standards variés (silicates, carbures, nitrure, matériaux organiques, etc...). Cependant, les rayons X de basse énergie sont particulièrement sensibles à l'absorption dans l'échantillon. Il est donc fondamental de déterminer l'épaisseur et la densité pour corriger de l'absorption. Pour cela, nous avons développé deux méthodes. La première est basée sur l'utilisation du rapport d'intensité des pics K et L (du fer par exemple). Le second étant plus absorbé que le premier, on détermine par une approche itérative le produit « épaisseur * densité » tel que la quantification par l'un ou l'autre des pics donne le même résultat. La deuxième méthode consiste à ajuster un modèle physique de la ligne de base couplant bremsstrahlung et absorption.

Les tests de sensibilité à différents paramètres montrent que l'oxygène peut être quantifié avec une précision de 3% environ, et le carbone et l'azote avec une précision de 5-10 %, en fonction des cas. L'ensemble de la procédure (calibration, algorithmes de quantification et de correction d'absorption) a été intégré à la librairie Hyperspy (<https://hyperspy.org/> ; analyse de données hyperspectrales, python).

Nous sommes donc en mesure, pour la première fois, de produire des cartographies quantifiées à la nano-échelle des ratios O/C et N/C de la matière organique, ainsi que de la teneur en eau de silicate amorphe (OH ou H₂O ; déduite de l'excès en oxygène) que l'on trouve dans les météorites.

Mots-Clés : EDS, microscopie électronique à transmission, matière organique, eau.