



HAL
open science

CARACTÉRISATION DE FINES PARTICULES DANS DIVERS PRÉLÈVEMENTS ATMOSPHÉRIQUES EN MICROSCOPIE ANALYTIQUE EN TRANSMISSION

A. Gaudichet

► **To cite this version:**

A. Gaudichet. CARACTÉRISATION DE FINES PARTICULES DANS DIVERS PRÉLÈVEMENTS ATMOSPHÉRIQUES EN MICROSCOPIE ANALYTIQUE EN TRANSMISSION. *Journal de Physique Colloques*, 1984, 45 (C2), pp.C2-789-C2-792. 10.1051/jphyscol:19842181 . jpa-00223856

HAL Id: jpa-00223856

<https://hal.science/jpa-00223856>

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

CARACTÉRISATION DE FINES PARTICULES DANS DIVERS PRÉLÈVEMENTS
ATMOSPHÉRIQUES EN MICROSCOPIE ANALYTIQUE EN TRANSMISSION

A. Gaudichet

*Laboratoire de Microscopie Analytique Appliquée aux Sciences de la Terre,
Université Paris XII, 94010 Créteil, France
et Laboratoire des Particules Inhalées, DASS, 75013 Paris, France*

Résumé - Une stratégie d'analyse en microscopie analytique en transmission est appliquée à la caractérisation des fines particules atmosphériques insolubles d'origine naturelle ou industrielle dans divers prélèvements (aérosols urbains - aérosols marins - glaces antarctiques). Elle permet en corrélant simultanément plusieurs critères d'observation et d'identification (morphologie, microdiffraction électronique, microanalyse chimique quantitative), - la reconnaissance des différentes phases minérales, - leur estimation quantitative et l'accès à la distribution granulométrique des particules les plus fines de 2 à 0,2 μm .

Abstract - An analytical strategy by analytical transmission electron microscopy is applied to the characterization of fine insoluble atmospheric samples as urban or marine air samples and ice core from Antarctica. This method allows, using both observation and identification criteria (morphological features, electron microdiffraction, quantitative chemical microanalysis), - the characterization of various compounds, - their quantitative evaluation and the size distribution of the fine particles from 2 to 0.2 μm .

D'une façon générale, l'étude des particules solides atmosphériques pose des problèmes spécifiques liés à deux facteurs qui caractérisent les échantillons à analyser : les faibles taille et quantité des objets.

Ces particules, pour 90 % d'entre elles, sont d'origine naturelle, parmi lesquelles surtout des argiles provenant de l'altération des roches, associées aux sels marins et parfois à des cendres volcaniques. Néanmoins, à proximité des zones industrialisées, les particules émises par l'activité humaine (artificielles ou naturelles) prédominent, entraînant une grande hétérogénéité dans la nature de l'aérosol urbain. Devant ces difficultés d'ordres qualitatif et quantitatif, l'analyse ponctuelle, et en particulier la microscopie analytique en transmission, semble bien adaptée à l'étude des caractéristiques individuelles des particules, axée sur la recherche des sources d'émission.

STRATEGIE D'ANALYSE1) Identification des phases minérales présentes dans l'échantillon

La stratégie analytique adaptée est basée sur l'utilisation conjointe et interprétative d'un maximum de critères accessibles sur un microscope électronique à transmission (MET) couplé à un système de microanalyse chimique :

Morphologie - Distinction entre les grands types morphologiques de particules jusqu'à 0,1 micron : forme - opacité - caractère distinctif - homogénéité - limpidité (Fig. 1). Dans la pratique, ce critère d'observation est très utile pour orienter l'identification minéralogique.

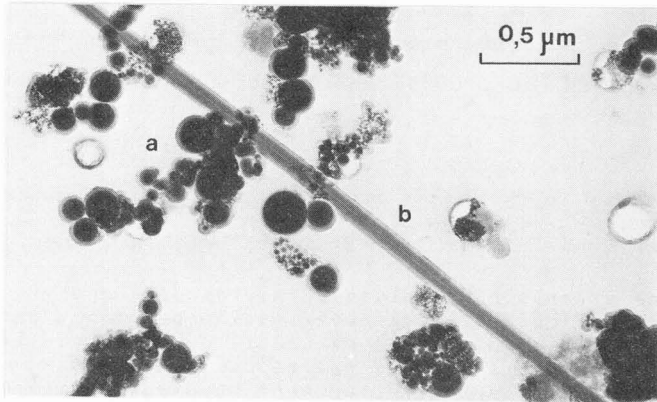


Fig. 1 : Agglomérats de cendres volantes (a) typiquement sphériques associées à une fibre d'amiante de type chrysotile (b) à morphologie tubulaire dans un prélèvement atmosphérique urbain.

Caractéristiques cristallographiques - L'observation du cliché de microdiffraction dans le plan de la préparation permet :

- de distinguer les particules cristallines des particules amorphes, renseignement non négligeable pour l'identification des verres volcaniques,
- de reconnaître rapidement les phyllosilicates qui se déposent toujours à plat sur les filtres suivant les plans (00 l) et présentent ainsi des clichés caractéristiques à symétrie pseudohexagonale (Fig. 2),
- ou même d'identifier certains minéraux fibreux qui fournissent des taches alignées perpendiculairement à l'allongement de la fibre.

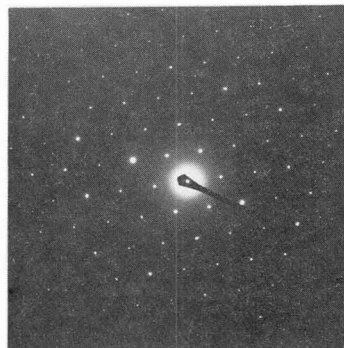
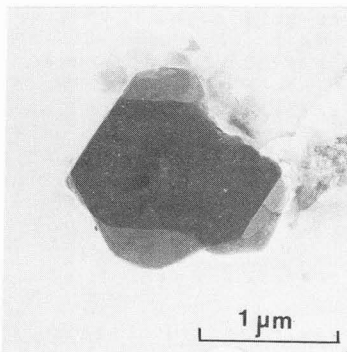


Fig. 2 : Morphologie d'un phyllosilicate isolé montrant une superposition en feuillets (a) et son cliché de microdiffraction à symétrie pseudohexagonale (b).

Composition chimique élémentaire - L'adjonction d'un spectromètre à sélection d'énergie de rayons X sur un MET permet d'obtenir sur chaque particule un spectre caractéristique des éléments constitutifs dont la détection est limitée aux éléments de poids atomique >11. L'identification d'une particule fondée uniquement sur son analyse chimique qualitative reste imprécise, des possibilités de confusion entre des variétés constituées des mêmes éléments chimiques n'étant pas rares. C'est pourquoi une exploitation quantitative des spectres est faite par la méthode dite des rapports de pics (1) applicable aux cibles minces, en utilisant l'élément prédominant comme référence, tel le silicium pour l'identification des silicates. Les résultats exprimés en poids d'oxydes peuvent être comparés aux analyses standards de minéraux en prenant garde aux modifications des proportions relatives obtenues par cette méthode pour les minéraux hydratés.

Ainsi, en pratique, l'utilisation conjointe de la micro-analyse quantitative et de la microdiffraction conduit à l'identification de la majorité des particules minérales naturelles, particulièrement des silicates. En outre, il est possible de valider cette identification en calculant la formule structurale de chaque particule à partir de l'analyse chimique élémentaire.

2) Evaluation quantitative et distribution granulométrique des particules ainsi identifiées

Un balayage aléatoire des préparations permet de dénombrer et de mesurer les particules présentes dans des champs d'observation dont la surface peut être ajustée en fonction de la concentration particulaire de l'échantillon.

L'examen d'une centaine de particules est nécessaire pour obtenir une image représentative de la distribution granulométrique et permettre une bonne approximation de la concentration pondérale des particules.

APPLICATIONS PRATIQUES

Les paramètres analytiques intervenant dans une stratégie générale peuvent être utilisés sélectivement pour documenter des problèmes spécifiques à différents types de prélèvements.

1er Exemple - Devant la complexité et l'hétérogénéité des aérosols urbains, l'étude exhaustive en microscopie analytique de tous les contaminants particuliers reste très difficile, comme en témoigne le peu de travaux publiés dans ce domaine. Par contre, cette méthodologie, lorsqu'elle se limite à l'étude d'un polluant spécifique, a été appliquée avec succès. C'est le cas en particulier des fibres d'amiante étudiées dans l'aérosol urbain qui peuvent être sélectionnées visuellement parmi l'ensemble des contaminants sur la base de leurs caractéristiques morphologiques.

2ème Exemple - A l'inverse, dans les prélèvements réalisés loin des sources (aires océaniques), les contaminants particuliers sont plus dilués et de nature plus homogène, le transport à grande distance provoquant un tri des particules en taille et en espèce. Ainsi pour mieux caractériser et localiser les sources d'alimentation continentale dans l'aérosol marin, l'évaluation quantitative des phases minérales est indispensable et nécessite obligatoirement une identification non sélective des contaminants particuliers. Dans ce cas, la stratégie analytique doit être suivie dans son ensemble (2).

3ème Exemple - L'aérosol antarctique représente la plus juste approximation du bruit de fond atmosphérique. Ainsi le contenu particulaire déposé en couches successives dans les glaces antarctiques reflète les variations de la composition de l'atmosphère du quaternaire récent, période de grandes variations climatiques.

La caractérisation minéralogique peut être orientée sur la recherche d'un type de particule associé à une source spécifique d'émission, tels les verres volcaniques. Ces microparticules présentent une morphologie typique : limpidité et cassure conchoïdale, parfois très proches des particules de quartz. Toutefois, l'utilisation conjointe du cliché de microdiffraction permet rapidement de distinguer les verres amorphes des quartz cristallins.

De plus, la microanalyse chimique quantitative de ces verres, au demeurant très délicate du fait de leur instabilité sous le faisceau électronique, doit fournir des précisions d'ordre magmatique pour retrouver la source de ces microparticules.

CONCLUSION

Il est bon de rappeler que la microscopie électronique, basée sur l'observation très précise à fort grandissement d'une aliquote de l'échantillon nécessairement de petite dimension, pose le problème de la représentativité de l'échantillonnage de la préparation et de l'analyse. Cette stratégie analytique très imparfaite d'un point de vue théorique a été conçue comme un outil permettant d'accéder à un maximum de données descriptives sur les particules, dans des limites compatibles en pratique avec l'étude d'un grand nombre d'unités par échantillon.

(1) CLIFF, G. and LORIMER, G.W. (1975). The quantitative analysis of thin specimens. *J. Microsc.*, 103, 203-207.

(2) GAUDICHET, A. et BUAT-MENARD, P. (1982). Nature minéralogique et origine des particules atmosphériques insolubles du Pacifique Nord (Atoll d'Enewetak). Etude par microscopie électronique analytique en transmission. *C. R. Acad. Sc. Paris*, 294, 1241-1246.