

METHODES DE CONFECTIONS DE LAMES MINCES

Dans la réalisation des lames minces de roche ou de sol, différentes préparations sont demandées suivant analyse :

Imprégnation

Certains échantillons nécessitent une imprégnation avant manipulation de part leur friabilité, ou au contraire par les différences de dureté existantes entre certains minéraux, fossiles. Cette réalisation consiste à rendre l'échantillon ou partie de roche compacte et non friable.

Plusieurs méthodes sont utilisées suivant les besoins et les moyens dont les techniciens disposent.

Méthode sous vide

L'échantillon est mis dans l'unité d'imprégnation sous vide (en général sur de petits supports afin que le produit puisse l'enrober totalement) et l'on ajoute lentement la résine par l'ampoule disposée à cet effet jusqu'à couverture complète de l'échantillon. Le vide est ensuite effectué.

Ce qui permet à l'échantillon d'une part de dégazer et de l'autre, de s'imprégner de résine. L'opération pourra être renouvelée sur l'autre face de l'échantillon de façon à ce que le coeur de la roche soit bien imprégné.



Imprégnation sous pression

Cette méthode consiste à mettre un échantillon bien sec dans une cellule et de faire le vide à l'intérieur. Cette méthode permet d'imprégner à coeur des échantillons peu poreux ou difficilement imprégnable, puis, l'échantillon est complètement immergé dans de la résine sur laquelle on applique une pression de 100 bars à l'aide d'une bouteille d'azote pendant une nuit.



Imprégnation Rodhopaz - Acétone

Les sucres rectifiés sont mis à l'étuve ventilée à 80 degrés pendant 45mn avant d'être déposés dans un dessiccateur contenant un mélange acétone + rhodopaz.



Attention aux vapeurs d'acétone!!!

L'acétone ayant pour rôle de liquéfier le rhodopaz afin de le faire pénétrer l'échantillon et le rhodopaz celui de durcir après cuisson. La pénétration se fait par émulsion. Lorsque l'émulsion est terminée, les échantillons sont remis dans l'étuve pendant 1H30 afin que l'acétone s'évapore et que le rhodopaz durcisse.

(Méthode à pratiquer sous hotte ventilée)

La réalisation des lames minces de roches

Le sciage : La première étape dans la réalisation d'une lame mince est le sciage de l'échantillon. Cette opération est réalisée à l'aide d'une scie circulaire diamantée et dentée sous courant d'eau continue. La dureté de la scie permet de découper un échantillon de roche dure ou meuble afin d'en extraire ce que l'on nomme à tort un "sucre" (parallépipède rectangle d'~ 30x45x10).

Scie diamantée : Scie mécanique équipée d'un disque d'acier sur lequel est brasé en périphérie un liant tendre laiton/bronze contenant une concentration de diamant synthétique.



Le rodage des sucres

Le sucre est ensuite rodé manuellement ou mécaniquement sur un lapidaire en fonte (planéité contrôlée) pourvu d'un mouvement circulaire.

Des émeris de granulométries décroissantes allant du 30 au 10 μ lui sont alternativement déposés dessus afin d'obtenir une surface parfaitement plane.



Cette opération peut être répétée sur plaque de verre en utilisant des émeris plus fins nécessaire pour la réalisation de préparations spécifiques telles que les lames polies par exemple

Le collage des lames

Le sucre est déposé sur plaque chauffante pour séchage et dégazage. Une à deux heures plus tard, le support de verre est collé sur le sucre par une colle époxy. L'opération s'effectue soit manuellement, soit automatiquement sous presse à coller. Cette manipulation s'exécute sous hotte aspirante afin d'éviter l'inhalation des gaz dû à la polymérisation de la colle.



Presse de collage chauffante



Collage des lames de verre manuellement sur platine chauffante

La polymérisation de la colle prend aux environs d'une heure à chaud toutefois, il est aussi possible de procéder à des collages d'échantillons à froid sachant que dans ce cas, la polymérisation de la colle prendra entre 12 et 24H.

Sciage de la préparation

A l'aide d'une scie diamantée de plus petite taille dont la lame est à jante continue et sous débit d'eau constant, nous coupons le sucre dont l'épaisseur de départ est sensiblement d'1 cm pour l'amener à environ 1 mm de façon à réduire le temps du rodage de façon notable.





Disposition de lames minces sur le porte-lame

Mise à épaisseur de la lame mince

L'objectif de cette étape est d'amener la lame mince à 30μ . Elle est réalisée par le technicien à l'aide des différents appareils utilisés aux laboratoires (rodeuses automatiques) ou manuellement sur lapidaire puis contrôle d'épaisseur au microscope polarisant.



Rodage automatique



Rodage manuel

C'est à partir de ce moment que nous pouvons parler de lame mince de roche.

Nettoyage des lames minces

Nettoyer avant couverture à la brosse tendre ou dans une cuve à ultra sons la lame pour éliminer l'émeri restant. De même dégraisser à l'éthanol ou à l'essence dénaturée (essence H) le support de verre préalablement rodé afin qu'aucune impureté ne vienne perturber le collage qui suivra.



Nettoyage à l'éthanol



Couverture des lames minces et finition

La lame mince, pour être correctement étudiée, doit être recouverte d'une lamelle de verre dite " lame couvre-objet". Cette opération se réalise en utilisant du baume du canada. Elle sera ensuite nettoyée au xylène ou à l'alcool avant d'être référencée et utilisée pour la recherche ou l'enseignement.



Collage de la lamelle couvre-objet au baume du canada



Nettoyage du surplus de baume autour de la lame



Dissolution du baume restant dans du xylène ou de l'éthanol



Notation de la référence de l'échantillon

Réalisation des lames épaisses

Les lames dites épaisses (150 μ à 200 μ) sont utilisées en géologie afin d'analyser le contenu des inclusions fluides (microbulles de gaz) prisonnières dans la roche.

Pour pouvoir être étudiées, les préparations doivent être polies sur les deux faces, exemptes de toutes impuretés et détachées de leur support.

Les principaux problèmes rencontrés lors de leur réalisation sont :

- la température des échantillons pendant leur collage qui ne doit pas excéder les 80 degrés
- la colle utilisée doit pouvoir se dissoudre à basse température afin de décoller l'échantillon

La réalisation de ces lames épaisses diffère en effet en bien des points de la lame couverte pétrographique.

REALISATION D' UNE LAME EPAISSE

- Le tronçonnage de l'échantillon
- Dressage et polissage de la première face
- Collage du sucre sur une lame de verre



- Sciage de la préparation
- Rodage de la lame
- Contrôle épaisseur et polissage
- décollage de la lame épaisse

Le sciage de l'échantillon



Comme pour les lames minces conventionnelles, le sciage de la roche s'effectue à la scie diamantée et sous eau courante pour la réalisation du "sucre"

Rodage du sucre



La seconde opération, le dressage de la première face et son polissage se fait sur un lapidaire en utilisant du carbure de silicium de granulométries décroissantes, 30 μ puis 12 μ dans un premier temps. Ensuite un "glaçage" sur plaque de verre à l'abrasif 3 μ est conseillé pour obtenir une surface pré polie.

La finition s'effectue quant à elle sur drap de polissage du type "drap de billard" à l'oxyde de chrome 3

Le collage à basse température

Après dépolissage de la lame de verre pour une meilleure adhérence, l'échantillon est mis à chauffer sur platine à ~70/80 degrés pendant au moins 15 mn



La colle utilisée pour fixer l'échantillon sur la lame de verre est ici un mélange de colophane/parafine qui permettra ultérieurement le décollage de la préparation à basse température.

Le mélange des composants de cette préparation est:

-COLOPHANE ~ 60% + PARAFINE ~ 40%-

Sachant que plus le pourcentage de colophane est important dans le mélange, plus le temps de chauffage nécessaire à la liquéfaction de la colle est long mais d'autant plus résistante aux efforts et inversement.

De la résine est déposée sur la lame porte objet chauffée ainsi que sur l'échantillon et les deux éléments sont fortement appliqués l'un contre l'autre pour chasser les bulles d'air à l'aide de deux pinces
brucelles.

Les échantillons sont ensuite retirés de la platine et mis à refroidir sur un marbre.

Le second sciage

A cet instant, la roche montée sur lame a une épaisseur de 1 cm. Le but étant de l'amincir à $\sim 150\mu$ l'exécution qui suit va être un sciage en utilisant une scie diamantée de précision.



Sciage de l'échantillon



méthode manuelle

Elle permet d'amener l'épaisseur restante à environs 3-400 μ selon la nature de la roche.



microscie



méthode mécanique

Le rodage et mise à l'épaisseur des lames épaisses

La lame est ensuite rodée soit manuellement sur lapidaire au carbure de silicium F320 (30μ) pour atteindre une épaisseur de 150μ . Soit automatiquement sur une rodeuse de ce type jusqu'à une épaisseur de 180μ pour être terminée à la main.

Contrôle d'épaisseur et polissage

Le contrôle de l'épaisseur avant polissage se fait en utilisant un micromètre et non pas un microscope.



Après nettoyage sous eau, la lame d'environ 150 μ doit maintenant être polie afin de pouvoir être étudiée.

Pour cette phase, un polissage à l'oxyde de chrome 3 sur drap de billard s'avère être une parfaite méthode quant aux résultats obtenus.

Décollage et nettoyage des lames épaisses



Chauffage de la lame épaisse à 70-80°

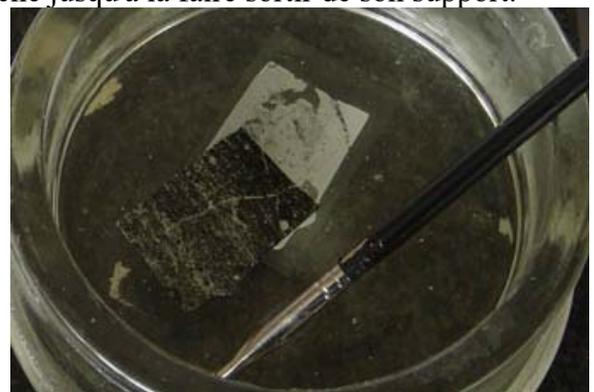


Décollage

Enfin, dernière étape de ce protocole et la plus délicate, le décollage de la roche qui a maintenant une épaisseur de 150 à 200 μ . La lame est remise à chauffer à 70/80degrés le temps de reliquéfier la résine.

Avec une pince coudée, pousser délicatement sur la roche jusqu'à la faire sortir de son support.

La mettre ensuite à tremper dans du xylène ou de l'alcool pendant un temps minimum de 20 mn.
La lame est ensuite emballée et mise en boîte pour être transportée sans dommages.



Etude des lames
épaisses

Qu'est ce qu'une lame épaisse

Que sont les inclusions fluides



Exploitation des mesures et contrainte de préparation

Les lames épaisses

Une lame épaisse de roche est une préparation dont l'épaisseur est supérieure à celle d'une lame mince pétrographique car elle mesure 150 à 200 μ d'épaisseur au lieu des 30 μ conventionnels.



Elle doit être polie sur chaque face de façon à pouvoir être étudiée par transparence et décollée de tous supports.

C'est une préparation spécifique pour l'étude des inclusions fluides.

Polissage des lames minces

Les problèmes de charge électrique dus à la faible conductivité des minéraux et à l'hétérogénéité des échantillons de roches ne pouvant pas être résolus par une métallisation, nous avons été amenés à développer une technique de polissage de grande qualité présentée ci-dessous.

Préparation des lames minces

Polissage

L'imprégnation



Le protocole (2)

Préparation des lames

Mettre les sucres sur plaque chauffante à une température de 50 degrés pendant un minimum de 12 heures. Malgré la basse température, on peut souvent constater une déformation de la résine à la fin de cette étape. Pour rattraper cette légère déformation, il est préconisé de reprendre le talon sur papier abrasif 1200 à sec. Coller avec la résine AR 2020 sans acétone, le sucre sur un porte-objet dépoli en ayant pris soin d'y avoir noté la référence de l'échantillon. Laisser sécher environ 12 heures. Après arasement et rectification à une épaisseur d'environ 100 μ redéposer de la résine sur toute la surface de l'échantillon et procéder à une nouvelle induration sous vide pendant 12 heures.



Ensuite procéder à la mise à l'épaisseur souhaitée, 35-40 μ , sur rodeuse/rectifieuse (poudre abrasive de carbure de silicium grain 600) et finition manuelle sur plaque de verre (poudre abrasive de carbure de silicium grain 1200, quartz jaune pâle)

L'imprégnation

Préparation commune pour les lames ou sections polies de tous types de roches. On travaille avec des blocs de roche de 45x30x10 mm appelés talon. Une fois taillé et séché, il est placé dans un moule. L'ensemble est alors mis dans un stand d'imprégnation sous vide pendant 24 heures environ (utiliser une pompe à vide bi-étagée afin d'avoir un bon vide primaire).

Enlever le surplus de résine à la scie et dresser les talons soit sur une rodeuse/rectifieuse avec du carbure de silicium grain 600 ou sur touret pour un dressage manuel dont la finition se fera au carbure de silicium grain 1000. Cette étape est fondamentale dans la préparation d'échantillons de roche pour un polissage de haute qualité, car elle permet d'assurer la cohésion intergranulaire et de palier aux variations de "dureté" entre les différentes phases minérales qui composent l'échantillon.

Sans casser le vide, injecter la résine AR 2020 (équivalent " STRUERS Epoxypack 301 ", " BROT XW396/XW397 ") légèrement diluée avec de l'acétone à 1 % et laisser sous vide encore 24 heures.



Le polissage

Le polissage s'effectue sur polisseuse automatique en utilisant des suspensions diamantées sur support draps ou tissus.

Le contrôle de l'état de surface se fait au microscope à réflexion



Les unités de mesure au microscope

Quelques repères d'échelle de mesure en microscopie:

milli(mètre) = 1×10^{-3} mètre(symbole m)Un millimètre s'écrit mm...

micro(mètre) = 1×10^{-6} mètre(Symbole μ) un micromètre s'écrit μm

nano(mètre) = 1×10^{-9} mètre(Symbole n) Un nanomètre s'écrit nm

Pour les microscopes électroniques, on parle de picomètres ou encore de femtomètres...

pico(mètre) = 1×10^{-12} mètre(Symbole p) Un picomètre s'écrit pm

femto(mètre) = 1×10^{-15} mètre(symbole f)Un femtomètre s'écrit fm

atto(mètre) = 1×10^{-18} mètre (symbole a) Un attomètre s'écrit am

zepto(mètre) = 1×10^{-21} mètre (symbole z) Un zeptomètre s'écrit zm

yocto(mètre) = 1×10^{-24} mètre (symbole y) Un yoctomètre s'écrit ym .