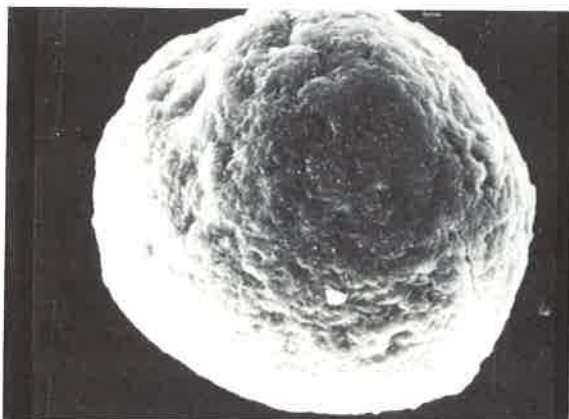


# Texture et structure des catalyseurs par l'image

## Exemples d'applications

Catalyseur de craquage



Grain de catalyseur vu au SEM ( $\times 1\,000$ ).

Catalyseur métallique supporté (Pt/graphite)



Grain de catalyseur vu au SEM ( $\times 2\,000$ ) ; petits feuillets graphitiques agglomérés.



Cliché au CTEM ( $\times 100\,000$ ) grains de zéolithes ultra-stables percés de trous (mésopores) et feuillets de kaolin (matrice).



Cliché au CTEM ( $\times 600\,000$ ) particules de platine (1-1,5 nm) en bout de feuillet.



Cliché au CTEM ( $\times 7,10^6$ ) réseau de la zéolithe (micropores), zone amorphe et mésopores.



Cliché au CTEM ( $\times 2,5.10^6$ ) réseau du graphite et du platine.

La texture et la structure des phases solides présentes dans les catalyseurs hétérogènes sont le plus souvent très complexes. La plupart des méthodes physico-chimiques n'en donnent qu'une description incomplète. En revanche, la microscopie électronique permet de les visualiser avec un pouvoir de résolution modulable entre  $10^{-4}$  et  $10^{-10}$ m.

## Instrumentation

Le microscope électronique à transmission (C)TEM couvre tout ce domaine de grandissement. Les images sont formées par l'intermédiaire d'un système de lentilles comme dans le microscope optique. Le contraste vient essentiellement de la diffusion ou diffraction des électrons en dehors de l'axe optique. Le pouvoir de résolution est de 0,2 à 0,3 nm, (de 0,1 à 0,15 nm sur les plans réticulaires). Des diagrammes de diffraction peuvent être obtenus sur des aires sélectionnées de quelques dizaines de nanomètres. Les microscopes à balayage en réflexion (SEM) ou en transmission (STEM) fonctionnent selon un principe totalement différent: chaque point de l'image sur l'écran cathodique est issu d'un signal

émis par un point de la surface de l'échantillon balayée par la sonde. Dans le SEM, il s'agit d'électrons secondaires ( $E \ll E_0$ ); le contraste dépend de l'orientation des surfaces par rapport à la sonde et au détecteur, ce qui donne un relief à l'image. Le STEM a surtout des applications analytiques (voir fiche catalyse 17). La résolution des images en balayage est fixée par la taille de la sonde (5-10 nm; 0,5 nm dans le cas d'une source à émission de champ).

Dans tous les cas, la préparation des échantillons est une étape importante qui conditionne la qualité et la représentativité des images.

## Applications

### 1. Visualisation des particules, texture

- homogénéité des préparations
- taille des particules (granulométrie)
- distribution sur le support, porosité du support

### 2. Morphologie, orientation et structure

- forme des particules
- identification des faces exposées
- orientation par rapport au support
- symétrie, maille cristalline
- images de plans réticulaires
- défauts de réseau

## Pour en savoir plus

• J.P. EBERHART, Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides, Doin, Paris, 1976.

• H. DEXPERT, P. GALLEZOT et C. LECLERCQ, Techniques physiques appliquées à la catalyse (B. Imelik et J. Védrine eds.), Technip, Paris, 1988.

• J.V. SANDERS, Catalysis, Science and Technology (J.R. Anderson et M. Boudart eds.), vol. 7, Springer-Verlag, Berlin, 1985, pp. 51-158.