

Une révolution dans les sciences expérimentales : les capillaires !

FSCC, les inclusions fluides synthétiques nouvelle génération

L'expérimentation à haute pression et haute température est un savoir-faire de longue date au laboratoire. Il est indispensable à la connaissance des évolutions chimiques des systèmes minéraux-fluides-matière organique avec la pression et la température. Traditionnellement réalisées dans des autoclaves de volume relativement important (de quelques dizaines de mL à plusieurs L), ces expérimentations ne sont pas sans risque compte tenu des quantités de matière mises en jeu. Par ailleurs, ces grands

volumes nécessitent habituellement de longs temps de réaction.

Enfin, l'analyse du contenu du réacteur se fait le plus souvent post mortem, sans possibilité de suivi de la réaction en continu, à moins que le réacteur soit équipé de systèmes de prélèvement ou d'une fenêtre en saphir pour permettre une analyse optique (Raman, infrarouge, etc.). L'étude des systèmes eaux-gaz-sels dans les inclusions fluides nécessitent la synthèse, longue et délicate, d'inclusions fluides synthétiques dans du quartz ou de la fluorine.

En 2006, lors de la première conférence ACROFI (Asian Current Research On Fluid Inclusions) à Nanjing, en Chine, Jean Dubessy assiste à une conférence du Professeur I-Ming Chou (USGS, Reston, Virginie) sur des inclusions fluides synthétiques d'un nouveau genre : des microcapillaires de silice (environ 300 μm de diamètre externe), soudés aux deux extrémités, permettant de piéger un fluide. Optiquement transparents et pouvant être chauffés sur une platine microthermométrique, Jean Dubessy en comprend immédiatement l'intérêt et le potentiel. Quelques mois plus tard, il visite le laboratoire de Reston en compagnie de Pascal Robert. De retour au laboratoire, ils reproduisent l'installation, l'améliorent, la développent. Depuis, seuls quelques laboratoires au monde maîtrisent cette technologie. GeoRessources est leader pour son utilisation en chimie des fluides aqueux et des gaz, avec plus de 17 publications sur le sujet depuis 2009.

Seuls quelques laboratoires au monde maîtrisent cette technologie

La technologie des capillaires n'a cessé de se développer au laboratoire. Deux dispositifs sont en fonctionnement : le premier, appelé FSCC (Fused Silica Capillary Capsules), permet de préparer des capsules de 1 à 2 cm de long, scellées aux deux extrémités, que l'on peut charger en gaz, liquide et même solides. Le deuxième dispositif, appelé HPOC (High Pressure Optical Cell) consiste à fixer à un dispositif de pressurisation un capillaire scellé à une extrémité. Cela permet d'ajuster en direct et en continu la pression dans le capillaire. Une collaboration avec la société Linkam a permis à Jean Dubessy et Pascal Robert de développer une nouvelle platine microthermométrique (CAP500) adaptée aux microcapillaires.

De très nombreux avantages

Ces réacteurs d'un genre nouveau présentent de très nombreux avantages :

- **la facilité de préparation**, qui ne nécessite que quelques minutes ou dizaines de minutes. En comparaison des semaines nécessaires à la fabrication d'inclusions synthétiques dans des minéraux, le gain de temps est exceptionnel. Ce gain de temps est mis à profit pour balayer une gamme beaucoup plus large de composition chimique ;

- **la transparence** :

La transparence dans le domaine visible permet une observation optique, par exemple de changement de phase en microthermométrie, et l'analyse des différentes phases par spectrométrie Raman (mais aussi infrarouge) en fonction de la pression et de la température ;

- **la diminution du risque** :

travailler sur quelques μL de solution diminue drastiquement les risques en cas de fuite. Les temps d'équilibres peuvent être grandement réduits, par exemple lors de mesures de diffusion.

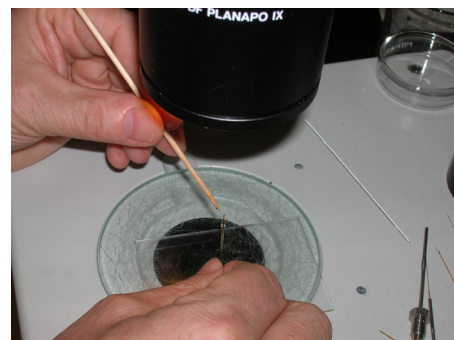
- **la résistance thermique et mécanique** : Les capillaires permettent de couvrir avec un dispositif unique des gammes importantes de température (de $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$) et de pression (jusqu'à 2 kbar) ;

- **l'étanchéité** :

Les capillaires sont soudés au micro-chalumeau par fusion du verre sur lui-même. Ils sont donc parfaitement étanches. Ils servent ainsi à conserver des solutions standard pour l'étalonnage des appareils de mesure ;

- **l'inertie chimique** :

La silice amorphe est inerte chimiquement dans un large domaine de pH, de pression et de température. Hormis l'hydrogène, les gaz ne diffusent pas à travers la paroi.



2 octobre 2006, Jean Dubessy prépare son premier capillaire. USGS, Reston, VA. © P. Robert



Ligne de pressurisation 2^e génération

Raman, LA-ICPMS, infrarouge ...

Ces capillaires sont utilisés avec différentes méthodes d'analyse. Leur transparence optique en fait des objets de choix pour la spectrométrie Raman : mesures de solubilité, de coefficients de diffusion, équilibres et spéciations chimiques dans des fluides complexes... Ils sont également utilisés comme standards en LA-ICPMS : ils sont alors ablatés comme des inclusions fluides.

Dernièrement, les capillaires ont également montré un potentiel certain en spectroscopie infrarouge et en expérimentation HP-HT dans des autoclaves. L'histoire ne s'arrête pas là !

Contacts

- Marie-Camille CAUMON : 03 72 74 55 37
marie-camille.caumon@univ-lorraine.fr
- Pascal ROBERT : 03 72 74 55 29
pascal.robert@univ-lorraine.fr

