

# Préparation d'échantillons pour l'analyse par fluorescence X

L'analyse par fluorescence X est une technique dont l'objectif principal est une détermination quantitative des éléments, ce qui exige un haut degré d'exactitude et une bonne reproductibilité. Ces deux paramètres sont le reflet immédiat de la qualité de la préparation d'échantillons.

RS 200



Outre la taille des particules, la densité de l'échantillon est elle aussi d'une importance capitale. Notamment pour la fabrication des pastilles, il faut veiller à ce que l'air puisse entièrement s'échapper. Le deuxième graphique (« Force de compression ») montre que c'est seulement à partir d'une pression de 20 tonnes que l'intensité se stabilise étant donné qu'ensuite l'échantillon a atteint une densité maximale. **Pour obtenir des résultats exacts et reproductibles, l'échantillon doit impérativement être préparé de manière à avoir une répartition granulométrique et une densité uniformes.**

Après un éventuel pré-broyage dans un concasseur à mâchoires, le broyeur le plus fréquemment utilisé pour le broyage de la matière échantillon dure et cassan-

## Bonne reproductibilité grâce à des particules de taille uniforme

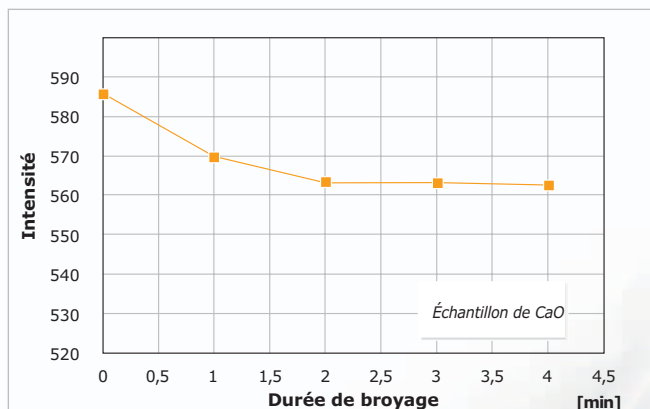
Dans le cas d'échantillons solides, la reproductibilité dépend directement de la taille des particules et de la densité de l'échantillon préparé. En spectroscopie par fluorescence de rayons X, l'intensité de la lumière dispersée informe sur la quantité d'un élément. Si l'échantillon n'est pas broyé assez finement, les rayons X sont très fortement dispersés par les particules et l'intensité de dispersion augmente – indépendamment de la quantité réelle des éléments. Ceci est la raison pour laquelle il est important pour une analyse quantitative reproductible que l'échantillon soit suffisamment homogénéisé et que la répartition granulométrique ne change pas d'une fraction d'échantillon à l'autre. Le premier graphique à la page 11 (« Durée de broyage ») montre que déjà après 2 minutes de broyage dans le **vibro-broyeur MM 400** de RETSCH, l'intensité du signal de mesure atteint une valeur constante qui ne varie pas si on poursuit le broyage.

te pour l'analyse par fluorescence X est un vibro-broyeur à disques comme le **RS 200** de RETSCH. Les corps broyants, un disque de broyage et un anneau sont mis en mouvement par un balourd dans un bol de broyage de manière à broyer la matière échantillon par pression, percussion et friction. Le principe de broyage garantit la finesse d'analyse requise à haut degré de reproductibilité même après une **très brève durée de broyage**. Il s'agit là d'un atout essentiel pour le contrôle de la qualité, compte tenu du fait que la mise en marché du produit dépend éventuellement des résultats d'analyse et que ceux-ci doivent par conséquent être disponibles dans les délais les plus brefs. De plus petites quantités d'échantillon peuvent également être broyées dans un **vibro-**

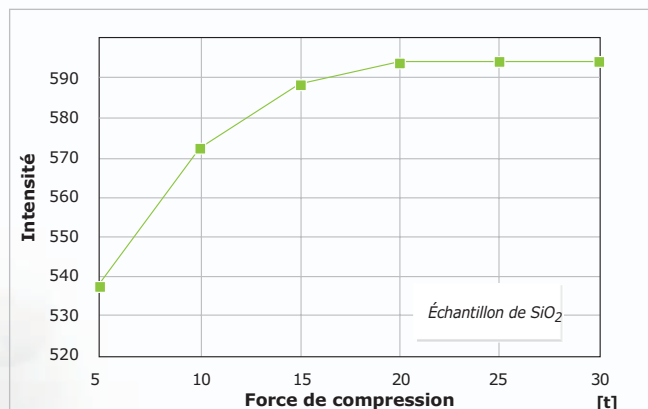
**broyeur** tel le **MM 400** de RETSCH. Les bols de broyage exécutent ici un mouvement oscillatoire radial dans le plan horizontal, la matière échantillon est homogénéisée de manière efficace par impact et friction. Le vibro-broyeur à disques RS 200 et le vibro-broyeur MM 400 disposent tous deux d'outils de broyage dans des matériaux différents ce qui garantit une préparation sans risque de contamination susceptible de perturber la détermination des éléments. Les matériaux élastiques, mous comme les **plastiques** sont broyés par effet de cisaillement et de coupe. Pour ce faire, on utilise des **broyeurs à couteaux ou à rotor** pour lesquels le degré de broyage souhaité s'obtient grâce à des tamis de fond interchangeables avec des ouvertures de mailles définies.

## De l'échantillon à la pastille

Lorsque l'échantillon est broyé, il est possible de le comprimer pour obtenir une pastille dont on peut optimiser la tenue mécanique en ajoutant des liants. Deux procédés sont ici envisageables : le liant peut être ajouté en tant qu'adjuvant de broyage sous forme de poudre ou de comprimés ou bien mélangé séparément après le broyage. **Dans le vibro-broyeur MM 400, l'échantillon peut aussi être mélangé à un liant dans des bols en polystyrène spéciaux.** Les deux procédés ont des avantages et des inconvénients et doivent être adaptés au but de l'analyse.



Influence de la durée de broyage sur l'intensité du rayonnement de fluorescence X. L'échantillon a été homogénéisé dans le vibro-broyeur MM 400 de RETSCH.



Influence de la force de compression sur l'intensité du rayonnement de fluorescence X. La pastille a été fabriquée avec la presse à pastiller PP 40 de RETSCH.

## Désagrégation par fusion

Si la quantité d'échantillon à disposition ne suffit pas, une alternative consiste à presser l'échantillon sur de l'acide borique. Les effets inhérents à la taille des particules au sein des pastilles empêchent toutefois d'atteindre la meilleure reproductibilité possible. Le recours à la désagrégation par fusion est ici le seul moyen de pallier ce problème. L'échantillon finement broyé (< 60 - 100 µm) est alors dissout dans une solution d'attaque au borax. Durant ce processus, la structure moléculaire de l'échantillon original est modifiée et les molécules s'unifient de manière homogène pour ainsi former une matrice de verre. L'excellente reproductibilité résulte de l'absence d'effets inhérents à la taille des particules, d'une meilleure homogénéité et d'une densité définie. Le recours à la dilution avec du borax sait que la désagrégation par fusion sert surtout à la détermination exacte des principaux composants alors que les éléments traces sont plutôt détectés à l'aide d'une pastille. Si aucune précision particulière n'est exigée pour les échantillons de routine, il est ici aussi possible d'utiliser une pastille.

Afin toutefois de parvenir à une mesure stable et reproductible en analyse par fluorescence X, il faut contrôler encore un bon nombre d'autres paramètres, ce pour quoi il est important d'adapter la préparation d'échantillons à l'application considérée. Les appareils utilisés (broyeur, presse, appareil pour la désagrégation par fusion) doivent donc permettre une configuration flexible des paramètres et l'opérateur doit disposer du savoir-faire correspondant.

MM 400



### VIBRO-BROYEUR À DISQUES RS 200

- Matière chargée : mi-dure, dure, cassante, fibreuse
- Granulométrie initiale : < 15 mm
- Granulométrie finale : < 40 µm
- Excellente reproductibilité
- Finesse d'analyse en quelques secondes

### VIBRO-BROYEUR MM 400

- Matière chargée : dure, mi-dure, molle, cassante, élastique, fibreuse
- Granulométrie initiale : ≤ 8 mm
- Granulométrie finale : ~ 5 µm
- Débit d'échantillons élevé grâce à une brève durée de broyage et à deux stations de broyage
- Grand choix de bols de broyage (différentes tailles et différents matériaux)