

Défi

Méthode de routine pour la détermination du Cu dans les laboratoires de géologie.

Solution

Routine de SAA flamme sur novAA 800 F avec préparation automatique d'étalons et dilution des échantillons très concentrés.

Quantification du cuivre dans des échantillons géologiques par SAA flamme

Introduction

La demande de cuivre, notamment de la part de l'industrie électronique, n'a cessé d'augmenter au cours des dernières décennies, et l'on s'attend à ce que 20 millions de tonnes de minerai de cuivre soient extraites chaque année d'ici 2020. L'utilisation du cuivre dans la fabrication des fils et câbles, dans les cartes de circuits imprimés et les assemblages électroniques est à l'origine de ce développement ; la teneur en cuivre a ainsi un impact sur le prix que peuvent obtenir les sociétés minières et les fonderies.

La spectrométrie d'absorption atomique (SAA) à flamme ou SAA flamme en anglais, est une méthode simple, robuste et rentable utilisée par de nombreuses sociétés minières et fonderies pour quantifier le cuivre - dans les minerais et sous forme métallique pré-concentrée - sur une large plage de concentrations allant de valeurs moyennes en ppm (mg/kg) à des pourcentages élevés (% en poids). En revanche, le contrôle des impuretés dans le cuivre de haute pureté, telles que l'antimoine, le bismuth, le phosphore et l'étain, est généralement effectué par des techniques ICP qui sont de véritables techniques multi-éléments avec une sensibilité nettement plus élevée, couvrant ainsi la plage du ppb ($\mu\text{g}/\text{kg}$) à celle du ppm (mg/kg).

Cette note d'application décrit une méthode simple utilisant le SAA flamme novAA 800 F pour la quantification du cuivre dans les échantillons géologiques et métalliques. Par souci de facilité d'utilisation, l'instrument a été équipé d'un échantillonneur automatique (AS-FD) permettant à la fois (i) la préparation

d'étalons et (ii) la dilution automatique des échantillons très concentrés. Les résultats analytiques obtenus, y compris les valeurs RSD et les taux de recouvrement des pics sont excellents, et de même la robustesse de la méthode a été évaluée en utilisant un matériau de référence certifié spécifique à l'industrie (CCU-1c).

Matériaux et méthodes

Échantillons et réactifs

- Minerai de cuivre broyé
- Minerai de cuivre certifié (CCU-1c)

Préparation des échantillons

Environ 0,1 g du minerai de cuivre certifié (CCU-1c) et du minerai de cuivre broyé ont été dissous dans 20 ml d'eau régale sur une plaque chauffante chauffée à 50 °C, et la solution claire a été complétée jusqu'à 100 ml avec de l'eau désionisée pour obtenir une solution ayant une concentration nominale de 1 g/l.

De l'eau régale a été utilisée en raison de la teneur importante en Al_2O_3 du matériau de référence, afin d'éviter une digestion incomplète et des résultats erronés. Ceci dit, pour les minerais de cuivre ne contenant ni alumine ni silice ainsi que pour le cuivre métallique, une dissolution dans l'acide nitrique est suffisante/recommandée.

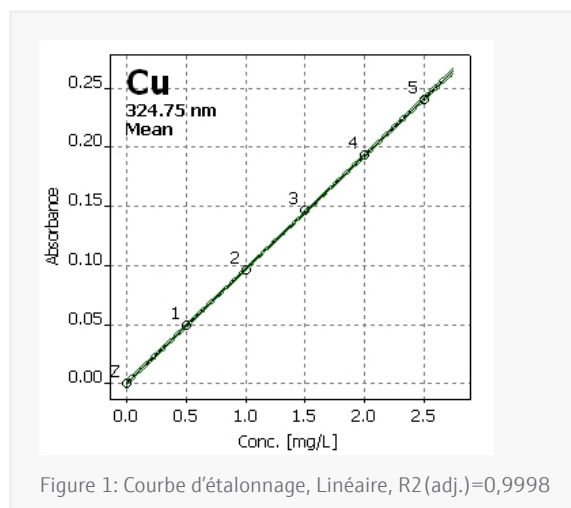
Un aliquot de l'échantillon de minerai broyé a été dilué manuellement par un facteur 500 et soumis à l'analyse, tandis que pour un second aliquot de l'échantillon de minerai broyé et du matériau de référence dissous, la fonctionnalité de dilution automatique de l'AS-FD a été utilisée à la place (facteur de dilution de 500).

Étalonnage

Tous les étalons et les échantillons QC ont été préparés automatiquement par l'échantillonneur automatique AS-FD à partir d'une solution mère de cuivre de 10 mg/l, qui a été préalablement obtenue à partir d'un standard de cuivre de 1000 mg/l disponible dans le commerce (Sigma Aldrich) dans de l'acide nitrique à 0,6 %. Le tableau 1 indique les concentrations des solutions d'étalonnage utilisées.

Tableau 1: Concentration des étalons

Étalon	Concentration [mg/l] Cu
Cal. 0	0
Cal. 1	0,5
Cal. 2	1,0
Cal. 3	1,5
Cal. 4	2,0
Cal. 5	2,5



Réglages de l'instrument

Un novAA 800 F équipé d'une tête de brûleur de 50 mm et d'une vanne d'injection SFS 6.0 - pour l'ajout de petits volumes d'échantillons et le rinçage continu du système - a été utilisé, ainsi qu'un auto-échantillonneur AS-FD avec dilution hors-plage intégrée. Veuillez noter que l'échantillonneur automatique a également été utilisé pour la préparation automatique des étalons.

Tableau 2: Réglages de l'instrument

Paramètre	Spécification
Température	20 °C (température ambiante)
Largeur du brûleur	50 mm
Type de gaz	C ₂ H ₂ /air
Débit de gaz	40 l/h
Angle du brûleur	0 °
Accessoires	AS-FD, SFS 6.0

Paramètres de la méthode

Tableau 3: Paramètres de la méthode

Élément	Longueur d'onde [nm]	Bande passante [nm]	Courant de lampe [mA]	Hauteur du brûleur [mm]
Cu	324,75	1,2	2,0	7

Résultats et discussion

La teneur en cuivre de l'échantillon de minerai broyé a été mesurée deux fois ; une fois il s'agissait d'un aliquot dilué manuellement, et l'autre fois d'un autre aliquot d'échantillon qui a été dilué automatiquement par l'échantillonneur automatique AS-FD. Pour les deux aliquots d'échantillons, des résultats cohérents ont été obtenus (Tableau 4).

Ainsi, les laboratoires d'analyses géologiques de routine qui travaillent sur des échantillons de minerai de cuivre de concentrations variables et/ou inconnues peuvent améliorer de manière significative la facilité de mise en oeuvre et la productivité des mesures en utilisant l'échantillonneur automatique (sans perdre en précision). Les paramètres de qualité enregistrés RSD et le taux de recouvrement du pic pour un échantillon QC ont montré des valeurs d'environ 1 % et 101 %, respectivement.

Les résultats collectés pour le minerai de cuivre de référence montrent une bonne correspondance avec les valeurs certifiées (Tableau 5), ce qui souligne encore la robustesse de cette méthode SAA flamme.

Tableau 4: Résultats pour l'échantillon de minerai de cuivre broyé

Échantillon	Élément	DF ¹	Concentration [g/L]	RSD [%]	Concentration QC [mg/L]	Recouvrement QC [%]
Minerai de cuivre broyé	Cu	500 ² (manuelle)	2,08 ± 0,02	1,2	1,0	101
	Cu	500 ³ (automatique)	2,08 ± 0,02	1,7	-	-

1... facteur de dilution

2 ... dilution manuelle (0,1 mL dans 50 mL)

3 ... dilution automatique par échantillonneur automatique AS-FD (50 µL dans 25 mL)

Tableau 5: Résultats pour le minerai de cuivre de référence (CCU-1c)

Échantillon	Élément	DF ¹	Concentration [mg/kg]	RSD [%]	Concentration certifiée [mg/kg]
CCU-1c	Cu	500 ² (automatique)	255,0 ± 0,3	0,2	256,2

1... facteur de dilution

2 ... dilution automatique par échantillonneur automatique AS-FD (50 µL dans 25 mL)

Conclusion

Le novAA 800 F permet une analyse SAA Flamme rapide et précise de la teneur en cuivre des échantillons de minerai après une simple digestion sur plaque chaude dans de l'acide nitrique ou de l'eau régale.

Lorsque l'échantillonneur automatique AS-FD a été utilisé en parallèle, la facilité d'utilisation et la productivité ont augmenté de manière significative, étant donné que l'échantillonneur automatique permet (i) la dilution automatique des échantillons hors-plage dont la concentration en cuivre est inconnue et variable, ainsi que (ii) la préparation automatique d'étalons.

Ce document est valable et correct au moment de sa publication ; les informations qu'il contient sont susceptibles d'être modifiées. D'autres documents peuvent remplacer le présent document, et inclure des modifications techniques et corrections. Impression et réutilisation autorisées avec mention de la source.

Siège social

Analytik Jena GmbH
Konrad-Zuse-Strasse 1
07745 Jena · Allemagne

Télé +49 3641 77 70
Fax +49 3641 77 9279

info@analytik-jena.com
www.analytik-jena.com

Version 1.1 | Auteur : AnJu
fr · 07/2021

© Analytik Jena GmbH | Photos © : Pixabay/danielam