

analytikjena

**solid AA<sup>®</sup>**

Directe. Rapide. Simple.



Spectrométrie AAS d'analyse  
directe des solides



## **Innovation intelligente pour l'analyse rapide et précise**

Alors que les méthodes conventionnelles utilisées dans l'analyse élémentaire ne s'appliquent qu'à des échantillons liquides, soumettant les échantillons solides à une préparation complexe, Analytik Jena propose une alternative intéressante, une application de la technique solid AA<sup>®</sup>: La spectrométrie AAS d'analyse directe des solides.

Les échantillons solides qui se présentent sous forme de poudre ou de granulé, mais aussi les matériaux pâteux comme les crèmes, les boues ou les huiles visqueuses peuvent être généralement analysés directement, sans travaux de préparation, dans un four en graphite. Les échantillons hétérogènes sont uniquement fragmentés et homogénéisés avant l'analyse.

La quantité d'échantillon va typiquement de 100 µg à 10 mg. La pesée réelle utilisée est fonction de la matrice de l'échantillon et des concentrations à déterminer. L'échantillon est pesé sur une plate-forme pour être ensuite dirigé vers le four en graphite. Après l'analyse, la plate-forme est réutilisable.

Lors de l'analyse directe des échantillons solides, la minéralisation de la matrice effectuée auparavant à l'acide, est remplacée ici par le programme de température du four en graphite. Utilisé en liaison avec une puissante correction du fond, il permet de déterminer pratiquement tous les éléments dans un grand nombre de matériaux, sans destruction et avec un maximum de précision. Etant donné que la technique à four graphite ne subit pratiquement aucun effet négatif de la matrice des échantillons, il est très souvent possible d'utiliser des étalons liquides. Un étalonnage réalisé avec des matériaux de référence solides, souvent chers et rarement disponibles dans la composition adéquate, n'est souvent plus nécessaire.

Il suffit de plusieurs minutes pour transformer les systèmes d'Analytik Jena à four au graphite afin de passer de l'analyse des liquides à celle des solides - l'utilisateur peut ainsi profiter pleinement des deux techniques. Les fonctions sont intégrées dans le logiciel d'exploitation, sans module supplémentaire. Des routines simples, guidées par un logiciel, simplifient le réglage des passeurs d'échantillons et assurent la fiabilité de la distribution des échantillons.

## **solid AA® – Rapide, précis, simple**

L'analyse directe des échantillons solides est caractérisée par un temps de préparation des échantillons réduit à un minimum. Outre le gain de temps, ce système possède les avantages suivants :

### **Analyse de l'échantillon original**

Avec solid AA®, vous pouvez analyser vos échantillons sans ajouter de réactif. Ceci permet de réduire le risque de contamination des échantillons par des valeurs à blanc. Les erreurs de dilution ou la perte d'analyte au cours de la préparation et du stockage des échantillons sont également exclues.

### **Large plage de mesure**

La technique solid AA® permet de renoncer à toute dilution allant généralement de paire avec une minéralisation. Ceci permet de multiplier la sensibilité relative des mesures d'au moins par dix, par rapport aux méthodes d'analyse réalisées sur des solutions. Les concentrations supérieures de l'ordre du pourcent sont également déterminées avec un maximum de précision.

### **Analyse de très petites quantités d'échantillons**

Dans le domaine d'application clinique et biologique, on ne dispose souvent que de très petites quantités d'échantillons. La technique solid AA® étant une micro-méthode, il suffit d'une pesée d'env. 50 µg pour une détermination élémentaire, ce qui permet de faire des mesures précises, même pour ce type d'applications. Ceci est également un net avantage pour l'analyse des distributions élémentaires d'un échantillon, étant donné qu'ils sont prélevés avec une résolution locale et que les hétérogénéités sont identifiées.

### **Renoncement aux réactifs et à leurs effets négatifs**

Comme l'analyse effectuée avec solid AA® a généralement lieu sans réactif, elle ne signifie pas seulement une économie de coûts. L'utilisation de réactifs nocifs et dangereux pour l'environnement dans les opérations de minéralisation, comme c'est souvent le cas pour décomposer les échantillons réfractaires, disparaît également ; les déchets chimiques sont minimisés.

### **Facile à manier**

Les matériaux pâteux, collants, difficiles à doser, sont déposés simplement sur la plate-forme et pesés directement. Ceci permet d'éviter les erreurs de pesée causées par une adhérence sur les plates-formes de pesée. Grâce au haut degré d'automatisation de la technique solid AA®, la manipulation de l'échantillon en tant que telle disparaît pratiquement comme source d'erreurs.

### **Des résultats rapides**

Avec solid AA®, vous pouvez analyser directement de nombreux échantillons, sans préparation. Les résultats de l'analyse sont disponibles en quelques minutes. La surveillance de l'entrée de marchandises et le processus de production ont lieu en parallèle ; les temps d'attente causés par la préparation chimique conventionnelle d'échantillons liquides, disparaissent.

# Technique d'analyse des solides

## Directe. Rapide. Simple.

Les systèmes à four en graphite d'Analytik Jena peuvent être équipés de la technique solid AA®. Il existe trois différents systèmes pour l'introduction des échantillons :



### **SSA 6 – passeur manuel d'échantillons solides**

Le passeur d'échantillons manuel est prévu pour l'analyse occasionnelle des solides. L'échantillon est pesé sur une micro-balance séparée et dirigé dans le four en graphite à l'aide du passeur. Après l'analyse, la plate-forme est immédiatement disponible pour l'échantillon suivant.



### **SSA 600 – passeur automatique d'échantillons solides**

Un passeur d'échantillons entièrement automatique pour l'analyse automatique de maximum 84 échantillons. Il suffit de doser les échantillons sur les plates-formes. La définition du poids exprimé au 1 µg près sur la micro-balance intégrée et le transport dans le four en graphite, puis dans la coupelle, ont lieu automatiquement et sans surveillance. Le dosage et la pesée des échantillons sont commandés facilement à l'aide des touches de commande du passeur d'échantillons. Les masses d'échantillons sont enregistrées

directement dans le logiciel. Des routines logicielles supplémentaires comme le chauffage et le tarage automatique des plates-formes simplifient la manipulation des échantillons dans les opérations de routine quotidiennes.



### **SSA 600L – passeur automatique d'échantillons solides avec unité de dosage d'échantillons liquides**

Equipé en plus d'une unité de dosage liquide, le SSA 600L est équipé du degré d'automatisation maximum possible pour les opérations de routine et la recherche. Non seulement la pesée et le transport des échantillons ont lieu automatiquement. L'étalonnage à partir d'étalons liquides et l'ajout d'un modificateur sont réalisés par

le passeur d'échantillons de manière à réduire la quantité de travaux côté utilisateur.



## Caractéristiques techniques

### Plate-forme

Matériel	Graphite, revêtement pyrolytique
Poids	env. 90 mg
Capacité (échantillons solides)	max. 50 mg (suivant le type d'échantillon)
Capacité (échantillons liquides)	max. 30 $\mu$ L
Dimensions (L x L x H)	14,1 x 4,6 x 2,0 mm

### SSA 600

Capacité	42 échantillons (84 échantillons avec plate-forme double)
Etages de vitesse	3
Réglage	Guide logiciel, en pas de 0,1 mm
Micro-balance	1 $\mu$ g

### SSA 600L (en supplément du SSA 600)

Module de dosage	Pousse-seringue de 500 $\mu$ L, montage vertical
Volume de dosage	1 – 30 $\mu$ L, réglage en pas de 1 $\mu$ L
Positions	6 x 1,5 mL, 2 x 5 mL, coupelle de lavage

# solid AA<sup>®</sup> – Pour un grand domaine d'applications

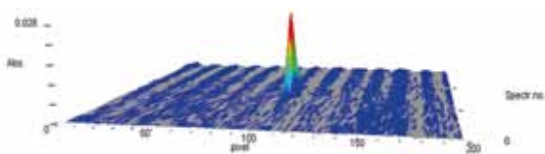
## Analyse des denrées alimentaires

La détermination des métaux lourds dans le poisson, la viande et la charcuterie mais aussi dans les légumes, les céréales et la poudre de lait sont des applications typiques de la spectrométrie atomique. La technique solid AA<sup>®</sup> est par ex. une alternative intéressante pour déterminer le cadmium, le plomb et l'arsenic dans le riz par rapport à l'analyse classique des échantillons minéralisés. Après avoir été moulu et homogénéisé, l'échantillon représentatif peut être analysé rapidement et directement. Ce processus permet d'obtenir un haut débit d'échantillons en un minimum d'effort, et donc de réaliser un contrôle approfondi des denrées alimentaires.

La surveillance quasi parallèle des matières premières et de la production, effectuée dans l'industrie agro-alimentaire est également une application potentielle de la technique solid AA<sup>®</sup>.

♥ Programme de température, cadmium dans le riz

Etape	Temp. [°C]	Rampe [°C/s]	Temps [s]	Gas
Séchage	150	10	15	Argon
Séchage	200	10	15	Argon
Oxydation	400	25	10	Argon-O <sub>2</sub>
Oxydation	600	25	15	Argon-O <sub>2</sub>
Purge	600	0	5	Argon
Pyrolyse	800	100	15	Argon
Atomisation	2300	1400	3	Stop
Nettoyage	2500	500	4	Argon



▲ Spectre d'absorption avec résolution temporelle : Cadmium dans un échantillon de riz, enregistré à l'aide du HR-CS AAS contraAA<sup>®</sup> 700



## Exemples d'applications

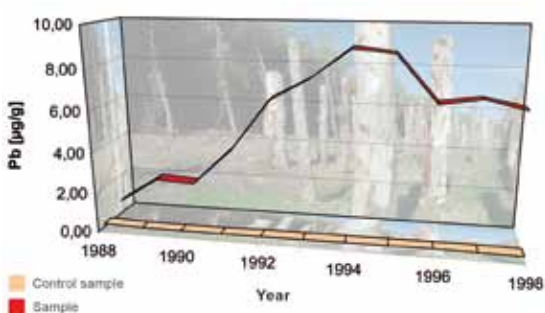
Margarine, graisses, huiles	Fe, Ni
Céréales, légumes, viande	Cd, Pb, Cu, Ni, Zn, Se, Na, Fe
Crème glacée, produits laitiers	Ag
Miel, confiture	Cd, Pb, Fe, Ni

## Analytique environnementale

Que ce soit les sols ou les plantes - ici aussi la détermination des métaux lourds est un élément important des analyses environnementales. Avec solid AA®, les utilisateurs reçoivent les résultats de manière rapide et simple - même là où il n'y a pas de laboratoire entièrement équipé. Les échantillons de poussière et de particules peuvent être par ex. transmis directement du filtre à la plate-forme, pour y être analysés.

Dans le cadre d'une étude, on a déterminé la répartition des métaux lourds dans les arbres situés à proximité d'une décharge. Des échantillons ont été prélevés sur les différents cernes annuels afin d'analyser les différents éléments caractéristiques. Ceci a permis de mettre les valeurs mesurées en corrélation avec les autres facteurs importants comme la quantité annuelle de précipitations et le dépôt de certains déchets.

♥ Concentration de plomb dans le bois, mesurée sur une durée de 10 ans  
orange : échantillon de contrôle, rouge : échantillon



## Exemples d'applications

Plantes, tissus, os, peau	Cd, Pb, As, Se, Ni, Cr, Co, Mn
Sol, sédiment, cendre, déchets, poussière	Cd, Pb, Cu, Fe, Mn, Ni, Cr, Sn

# solid AA<sup>®</sup> – Pour un grand domaine d'applications

## Industrie cosmétique

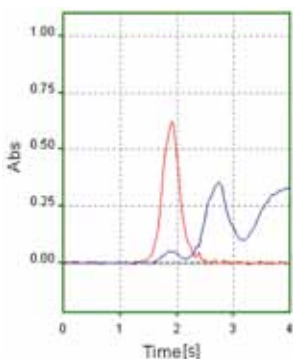
Les traces de métaux lourds dans les produits cosmétiques sont analysées régulièrement. La teneur des ingrédients de la formule chimique doit être également vérifiée.

Avec solid AA<sup>®</sup>, ces analyses sont réalisées pratiquement parallèlement à la production. Comme les résultats sont fournis très rapidement, il est possible d'assurer la qualité des matières premières pendant la fabrication.

La détermination du plomb, du cadmium, de l'arsenic, du nickel et des autres éléments fait partie des travaux de routine quotidiens nécessaires à la fabrication des produits cosmétiques et de leurs matières premières, comme par ex. les pigments. En prenant exemple sur l'analyse des pigments de mica et de métaux, les performances de la technique solid AA<sup>®</sup> apparaissent de manière distincte. Différents échantillons sont prélevés au cours de la production en vue d'une analyse. Etant donné qu'ils sont déjà à l'état poudreux et qu'ils sont homogénéisés pendant le processus de production, il est possible de renoncer à un traitement préalable. Même les produits finis comme les fonds de teint et le rouge à lèvres sont analysés avec cette méthode de dépistage rapidement et avec un maximum de fiabilité. Ainsi, il suffit de minéraliser les échantillons qui dépassent une valeur limite, puis de les caractériser.



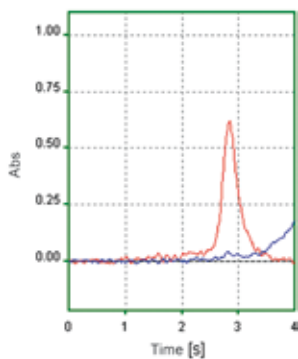
♥ 5,7 mg/kg Pb dans un pigment de mica



rouge = signal spécifique

bleu = signal du fond

♥ 3,1 mg/kg Sb dans un pigment métallique





## Industrie Pharmacie

Les matières premières et les produits de l'industrie pharmaceutique profitent également de cette méthode d'analyse rapide et fiable. Outre la disponibilité rapide des résultats, la sensibilité de la méthode constitue ici, comparée à l'analyse d'échantillons liquides, un critère important. Les analyses effectuées dans la plage inférieure des  $\mu\text{g}/\text{kg}$  sont réalisées facilement, pour garantir la haute qualité des produits, ce qui est un critère important.

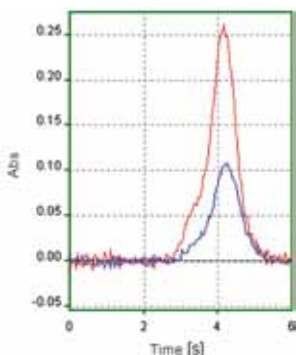
La technique solid AA<sup>®</sup> permet également de contrôler l'homogénéité des éléments. Grâce à la petite quantité d'échantillons nécessaire, il est possible d'identifier la répartition irrégulière d'un ou de plusieurs éléments caractéristiques, en effectuant quelques mesures répétitives. Le processus de production est optimisé et la qualité du produit augmente.



## Exemples d'applications

Pigments	Cd, Pb, As, Se, Ni, Cr, Hg, Sb
Graisses, cires	Fe, Ni, Cd, Cr, Pb, Cu
Herbes	Pb, Cd, As, Fe, Cr
Matières premières utilisées en pharmacie	Pb, Cd, As, Fe, Cr, Cu, Ni
Insuline	Zn

♥ 1,8 mg/kg Cd dans un pigment métallique



rouge = signal spécifique

bleu = signal du fond

# solid AA<sup>®</sup> – Pour un grand domaine d'applications

## Métallurgie

Les matériaux modernes ultra-performants comme les céramiques, le verre et des alliages spéciaux sont soumis à de hautes contraintes en matière de pureté. Même les impuretés apparaissant dans la plage inférieure du mg/kg peuvent compromettre les performances du matériau défini pour le domaine d'application. Il faut recourir ici à un procédé d'analyse sensible et précis - solid AA<sup>®</sup>!

L'analyse de certains éléments-traces présents dans les alliages et utilisés pour la fabrication des turbines d'avion, est décisive pour déterminer la fiabilité des composants. En raison des forces centrifuges extrêmes qui agissent sur les pales des turbines, certains éléments s'accumulent dans différentes zones, ce qui peut causer une usure ponctuelle du matériau. Cette situation constitue un grand défi à de nombreux procédés d'analyse.



Pendant la préparation des échantillons, il faut faire en sorte que l'échantillon ne soit pas contaminé par les valeurs à blanc des réactifs. Même la perte d'éléments causée par la formation d'espèces volatiles ou par adsorption doit être exclue. Lors de la minéralisation chimique réalisée à base de liquides, l'échantillon est dilué si bien que la limite de détermination nécessaire est très difficile à atteindre.

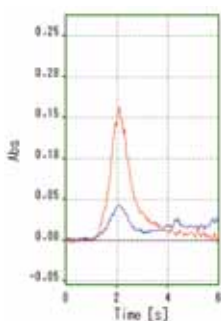
Avec solid AA<sup>®</sup>, c'est l'échantillon original qui est analysé, sans aucune transformation, si bien qu'il n'y a aucun risque de contamination. Les échantillons ne devant pas être dilués, la sensibilité de la mesure s'en voit augmentée. Ceci a des avantages significatifs pour l'analyse des matériaux.

## Analyse du matériau

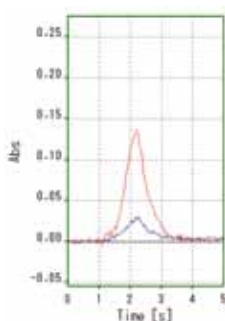
Les céramiques spéciales comme les carbures ou les oxydes sont souvent optimisées du point de vue de leur stabilité chimique et mécanique. En conséquence, il est difficile de minéraliser ces matériaux pour l'analyse conventionnelle liquide. Ici, il faudrait recourir à des procédés de minéralisation longs, en utilisant des mélanges d'acide complexes. Par ailleurs, la quantité d'échantillon nécessaire à ce type de minéralisation est généralement limitée, si bien que la sensibilité de l'analyse ne suffit généralement pas pour le domaine des traces.



Ce problème peut être évité en recourant à la technique solid AA<sup>®</sup> qui ne nécessite qu'une fragmentation de l'échantillon. Les éléments-traces sont généralement déterminés facilement et sans aucune destruction. Elle permet également de déterminer les concentrations les plus infimes, sans dilution.



▲ 57 mg/kg Cr dans la SiC (raie secondaire)  
Rouge = signal de l'analyte,  
Bleu = signal du fond



▲ 1,5 mg/kg Mn dans SiC  
Rouge = signal de l'analyte,  
Bleu = signal du fond

## Exemples d'applications

Matières plastiques, caoutchouc	Cd, Pb, Cr, Cu, Fe, Mn
Textiles	Ag, P, Sb, Cd, Pb
Matériaux de référence (homogénéité)	Cd, Pb, Fe, Zn
Verres réfractaires, céramiques	Pb, Mg, Na, Cr, Mn, Fe
Alliages	Se, Sb, Bi, Cd, Pb
Echangeurs d'ions	Pd, Au, Ag, Ni, Co, Zn

# solid AA<sup>®</sup> – Pour un grand domaine d'applications

## Équipement électronique

L'industrie des semi-conducteurs recourt à des matériaux particulièrement purs qui sont dopés avec certains éléments pour modifier les propriétés du matériau. Même les plus petites impuretés suffisent pour rendre le matériau inutilisable. C'est pourquoi, la détection des traces les plus infimes fait partie de la routine quotidienne - une opération qui nécessite des appareils ultra-sensibles et un maximum de précision.

Avec solid AA<sup>®</sup>, il est possible d'analyser une quantité d'échantillons relativement importante, sans dilution.



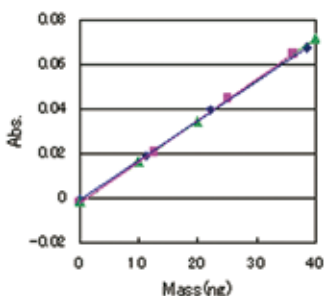
C'est pourquoi, la spectrométrie AAS d'analyse directe des solides est le procédé par excellence pour les opérations de routine effectuées sur de nombreux éléments. Elle est nettement plus simple à manipuler et a moins d'interférences et de sources d'erreurs que les procédés alternatifs d'une sensibilité comparable.

♥ *Étalonnage pour la détection du cadmium dans les matières plastiques :*

*Bleu : Même pesée pour différents matériaux de référence*

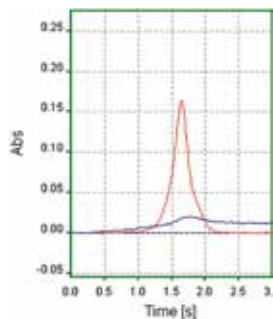
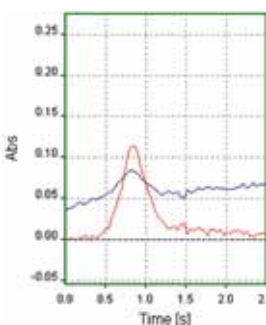
*Rose : Différentes pesées d'un matériau de référence*

*Vert : Etalon aqueux*



♥ *Courbe du signal Cr, 17,7 mg/kg*

♥ *Courbe du signal Cd, 21,7 mg/kg*



## RoHS

La législation européenne a défini une concentration maximum pour certaines substances dangereuses contenues dans les appareils électroniques afin de protéger l'environnement et de faciliter le recyclage (Restrictions of certain Hazardous Substances



– RoHS). Outre différentes substances organiques, le cadmium, le plomb, le chrome (VI) et le mercure sont également concernés par cette interdiction. Jusqu'à présent, les matériaux de soudage contenaient une part importante de plomb. Depuis l'introduction de la directive RoHS, ces alliages de soudage sont interdits, ce qui nécessite le recours à d'autres matériaux.

Les différents polymères utilisés pour les isollements de câbles et les parties des boîtiers, peuvent contenir ces éléments sous forme de pigments ou d'impuretés qui se cachent dans les matériaux de recyclage. Pour assurer la conformité des produits avec la norme européenne, il est nécessaire d'analyser ces matières premières et les produits finis.

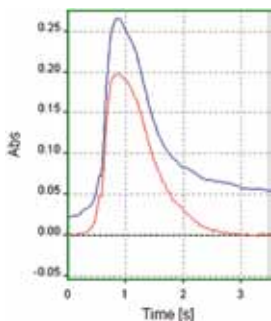
Etant donné que les matières plastiques sont homogènes pour des raisons liées à la production et qu'elles se présentent généralement sous forme de granulés, la technologie solid AA<sup>®</sup> est ici la méthode idéale.

L'analyse est simplifiée car il n'y a pas d'effet de matrice et qu'il est donc possible d'utiliser des étalons liquides - contrairement aux autres procédés d'analyse des solides qui nécessitent des étalons solides et des matériaux de référence certifiés.

## Exemples d'applications

Matières plastiques	Cd, Pb, Cr, Cu, Fe, Mn, Sn, Si
Semi-conducteurs, céramiques	Pb, Mg, Na, Cr, Mn, Fe, K
Alliages, alliage de soudage	Pb

♥ Courbe du signal Pb, 13,8 mg/kg



Pesée avec 1,5 - 2 mg de plastique, sensibilité réduite par la sélection des raies secondaires  
 Rouge = signal de l'analyte  
 Bleu = signal du fond

## Médecine

Dans le cadre d'analyses cliniques, il est parfois nécessaire de déterminer la présence de métaux lourds dans les cheveux ou les ongles, mais aussi des os et du tissu. Comme on ne dispose généralement que d'une petite quantité d'échantillon, la concentration obtenue par une minéralisation chimique liquide est souvent trop faible pour obtenir des résultats fiables.

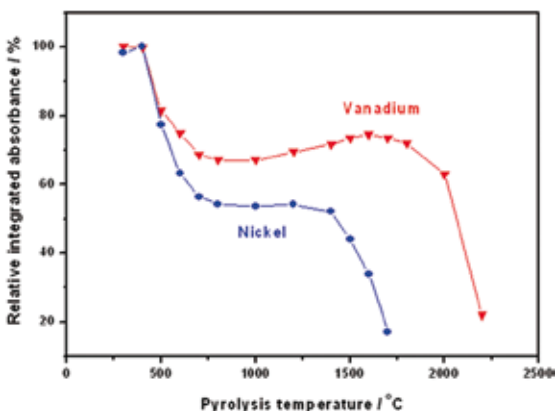
La technologie solid AA<sup>®</sup> simplifie ces analyses en opérant directement sur des échantillons de 0,1 - 0,5 mg. La minéralisation réalisée auparavant et donc la dilution, sont superflues ce qui permet d'augmenter la sensibilité de la détection pour l'échantillon original.

## Pétrochimie

Le pétrole brut et donc les fractions contenues sont souvent difficiles à minéraliser car ils contiennent des composants hautement réactifs et stables. La quantité d'échantillons utilisable est faible en raison de la haute pression générée lors de la minéralisation. Par conséquent, la détermination des traces d'éléments est souvent liée à des opérations analytiques complexes. On peut citer comme exemple les éléments comme le nickel et le vanadium, des éléments dangereux des catalyseurs, qui contribuent à la corrosion des pièces dès une concentration minimum, de l'ordre de quelques mg/kg.

Avec solid AA<sup>®</sup>, il est possible d'analyser directement le pétrole brut et des échantillons similaires, sans préparation. Par ailleurs, l'analyse directe des solides présente l'avantage de conserver les composés organiques volatils comme la porphyrine de nickel et de vanadium dans leur forme originale. Ainsi, la technologie AAS d'analyse directe des solides permet de déterminer de manière sélective, des composés élémentaires volatils et thermiquement stables, ce qui n'est plus possible après une minéralisation.

♥ *Intensité du signal du nickel et du vanadium contenu dans le pétrole brut, à différentes températures de pyrolyse. Perte d'espèces volatiles à partir d'env. 500°C*



## Exemples d'applications

Tissus, foie, reins	Cd, Pb
Cheveux, ongles	Hg, As, Se, Pb, Cd, Si
Sang (sur le papier filtre)	Pb
Pétrole brut	Ni, V, Cd, Pb, Cr
Catalyseurs	Fe, Cu, Pd, Pt, Rh, Pb, Co, Na

## solid AA<sup>®</sup> – pleine intégration dans le logiciel

Les fonctions de la technologie solid AA<sup>®</sup> sont déjà intégrées dans le logiciel de base : il n'est pas nécessaire d'acquérir et d'installer de module logiciel complémentaire. Le logiciel affecte automatiquement les échantillons et les mesures répétitives aux plates-formes. Les tares sont tout d'abord saisies dans une routine automatique avant que le passeur amène la plateforme dans une position de dosage confortable. L'utilisateur peut alors procéder au dosage des étalons, des échantillons et éventuellement du modificateur. Le dosage et la pesée peuvent être confirmés en cliquant sur la souris ou à l'aide des touches de fonction du passeur d'échantillons. Les pesées sont transmises automatiquement dans le tableau des échantillons en vue du calcul de la concentration.

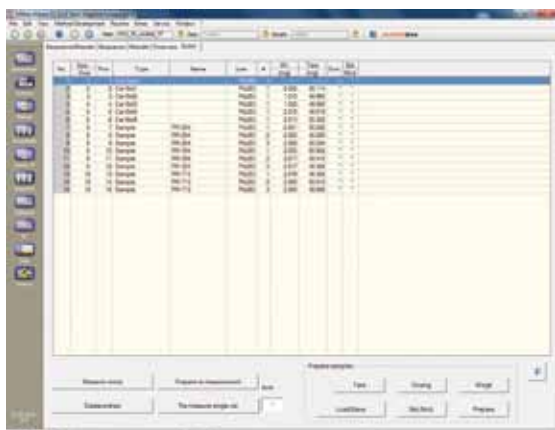
Pour le réglage du passeur d'échantillons, on a des routines simples, guidées par logiciel, ce qui permet de passer de l'analyse des liquides à celle des solides en quelques minutes. Les deux méthodes sont disponibles sans aucune restriction. La micro-balance intégrée peut être contrôlée et étalonnée à l'aide d'un poids étalon intégré au système. L'utilisateur peut se charger de la certification externe réalisée avec des pesées certifiées ou confier les travaux au service clientèle d'Analytik Jena.

**solid AA<sup>®</sup> – Spectrométrie AAS d'analyse directe des solides**  
**Une manière simple d'obtenir des résultats fiables dans la recherche et les opérations de routine.**



▲ Affichage de la pesée

♥ Tableau d'échantillons avec pesées



**analytik**jena

**solid AA<sup>®</sup>**

[www.solidaa.com](http://www.solidaa.com)

**Analytik Jena AG | Analytical Instrumentation**  
Konrad-Zuse-Str. 1  
07745 Jena/ Allemagne

Téléphone: +49 (0)3641/ 77 70  
Télécopie: +49 (0)3641/ 77 92 79  
[www.analytik-jena.fr](http://www.analytik-jena.fr)  
[info@analytik-jena.com](mailto:info@analytik-jena.com)



Sous réserve de modifications techniques ultérieures!

fr · 888-11006-3 · 04/2014 · Förster & Böttner GmbH & Co. KG  
© Analytik Jena AG