



Services et Techniques

Laboratoire indépendant, membre du groupe Eurofins Materials Science, nous vous proposons une solution scientifique proche de vous pour répondre à vos problématiques en conservant les délais les plus courts possibles, incluant des services en 72h, 48h et même 24h à réception de la matière.

Analyse élémentaire de traces par HR-GDMS - Spectrométrie de Masse à Décharge Luminescente Haute Résolution

Nous investissons sans cesse dans les meilleurs instruments pour garantir une qualité de service en constante amélioration

Pour rester à la pointe de la technologie et pour vous fournir les meilleurs services, nous avons ajouté deux nouveaux instruments de type NuAstrum (figure 1) à notre service GDMS. Cette instrumentation nous permet d'augmenter notre capacité en termes de nombre d'échantillons et de rapidité d'analyse afin de continuer à pleinement vous satisfaire. Nous restons à votre disposition pour tout

besoin d'information sur cet instrument, ou pour toute visite de nos installations.

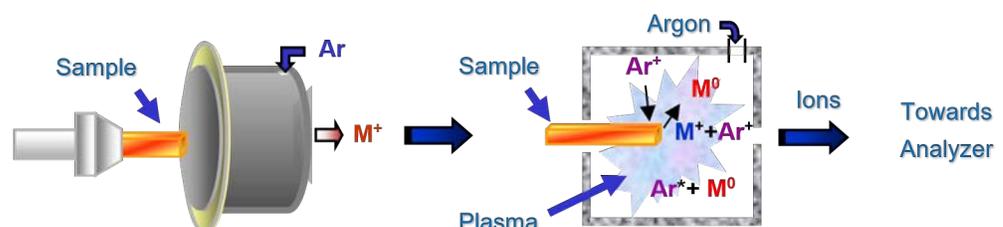


Figure 1 : Instrumentation GDMS de type NuAstrum

Principe

Le principe de la GDMS repose sur la création d'un plasma d'Argon sous faible pression qui permet, par pulvérisation, l'ionisation de la matière à analyser. Un flux d'Argon Ultra Pur est introduit dans la cellule d'analyse où l'échantillon est préalablement

Figure 2:
Schéma explicatif du principe d'ionisation par GDMS



inséré. Une tension continue d'environ 1 kV est appliquée entre le corps de la cellule et l'échantillon afin d'amorcer le plasma. Ce plasma va alors bombarder la surface de l'échantillon de façon continue. Les particules pulvérisées extraites de l'échantillon sont ensuite atomisées, puis ionisées, avant d'être séparées en fonction de leur ratio masse sur charge m/z à l'aide d'un analyseur à haute résolution sous la forme d'un spectromètre de masse à double focalisation (électromagnétique & électrostatique).

Le système de détection est quant à lui composé d'une combinaison de deux détecteurs. Le détecteur de Faraday d'une part et le détecteur de comptage d'ions d'autre part, permettent la détermination séquentielle des concentrations majeures, mineures, traces et ultra traces.



Figure 3 : Instrumentation GDMS de type Element GD

Quels échantillons pour la GDMS?

La technique GDMS peut être utilisée lors de l'étude d'échantillons inorganiques de tous types, qu'ils soient conducteurs, semi-conducteurs ou même non-conducteurs. Plusieurs configurations de cellules nous permettent de proposer une solution pour chacune de vos problématiques.

Solides massifs conducteurs

Les échantillons peuvent être principalement introduits dans l'instrument de deux façons. Tels quels, s'ils présentent une surface plane, lisse et de diamètre supérieur à 20 x 20mm. Sous la forme d'une aiguille de 20 x 2 x 2 mm. L'analyse d'un échantillon massif nécessite donc une préparation mécanique et si besoin, une préparation chimique qui consiste en un électro-polissage ou un décapage acide afin d'éliminer les pollutions extérieures.

| Element | Concentration (ppmwt) | Element | Concentration (ppmwt) |
|---------|-----------------------|---------|-----------------------|
| Li | 0.001 | Ag | 0.005 |
| Be | 0.001 | Cd | 0.01 |
| B | 0.005 | In | 0.005 |
| F | 0.05 | Sn | 0.005 |
| Na | 0.005 | Sb | 0.005 |
| Mg | 0.005 | Te | 0.05 |
| Al | 0.005 | I | 0.05 |
| Si | 0.001 | Cs | 0.005 |
| P | 0.005 | Ba | 0.005 |
| S | 0.05 | La | 0.005 |
| Cl | 0.01 | Ce | 0.005 |
| K | 0.01 | Pr | 0.005 |
| Ca | 0.01 | Nd | 0.005 |
| Sc | 0.001 | Sm | 0.005 |
| Ti | 0.005 | Eu | 0.005 |
| V | 0.001 | Gd | 0.005 |
| Cr | 0.005 | Tb | 0.005 |
| Mn | 0.005 | Dy | 0.005 |
| Fe | 0.005 | Ho | 0.005 |
| Co | 0.005 | Er | 0.005 |
| Ni | 0.005 | Tm | 0.005 |
| Cu | Matrix | Yb | 0.005 |
| Zn | 0.01 | Lu | 0.005 |
| Ga | 0.05 | Hf | 0.005 |
| Ge | 0.05 | Ta | 1 |
| As | 0.005 | W | 0.005 |
| Se | 0.01 | Re | 0.005 |
| Br | 0.005 | Os | 0.005 |
| Rb | 0.005 | Ir | 0.005 |
| Sr | 0.005 | Pt | 0.005 |
| Y | 0.005 | Au | 0.01 |
| Zr | 0.005 | Hg | 0.01 |
| Nb | 0.005 | Tl | 0.001 |
| Mo | 0.005 | Pb | 0.005 |
| Ru | 0.005 | Bi | 0.005 |
| Rh | 10 | Th | 0.0001 |
| Pd | 0.005 | U | 0.0001 |

Figure 4 : Tableau des limites de détection typiques pour un échantillon de Cuivre par GDMS

Poudres ou échantillons non conducteurs

L'analyse de poudres, tout comme l'analyse d'échantillons dont la conductivité est plus faible, nécessite l'utilisation d'un liant conducteur assurant les rôles de porteur mécanique et d'électrode secondaire. Ce liant est en général du Tantale ou de l'Indium de très haute pureté.

Champs d'application et précision d'analyse

La GDMS est capable d'analyser la totalité des éléments de la table périodique (mis à part l'Hydrogène et les gaz nobles). La Haute Résolution de nos appareils permet de résoudre la majorité des interférences, donnant la possibilité de mesurer au cours d'une même analyse des concentrations allant du pourcent jusqu'à l'ultra trace (ppbw) avec une précision instrumentale relative de l'ordre de 20%.

Accréditation COFRAC - ISO 17025 pour les analyses HR-GDMS

Notre politique d'amélioration continue a conduit notre laboratoire à être accrédité par le COFRAC selon la norme ISO 17025. Cette accréditation a récemment été renouvelée jusqu'en 2022.

Nos prestations d'analyses HR-GDMS ont reçu cette accréditation pour nombre de matériaux les plus communément analysés, comme les aciers alliés, les alliages de Nickel, de Titane, d'Aluminium ou bien encore de Cuivre.

La portée d'accréditation est disponible sur le site www.cofrac.fr avec le numéro d'accréditation 1-1993.

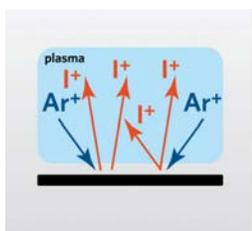


Figure 5 : Schéma simplifié du principe de mesure par GDMS

Analyse de Gaz Interstitiels - IGA

Nous disposons désormais de cinq appareils pour le dosage spécifique de gaz interstitiels H, N/O et C/ S qui viennent compléter les analyses effectuées en GDMS, et nous permettent ainsi de proposer un dosage élémentaire complet dans tout matériau inorganique depuis l'Hydrogène jusqu'à l'Uranium.

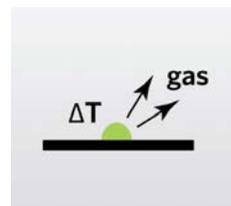


Figure 6 : Principe simplifié du principe de mesure par IGA

Analyses de O, N et H par fusion sous gaz inerte

La fusion sous gaz inerte (Argon ou Hélium) d'une masse d'environ 1g est réalisée dans un creuset en graphite placé à l'intérieur d'un four. Les gaz libérés H₂, N₂ et O₂ sont alors dosés à travers des cellules spécifiques (conductivité thermique pour H₂ et N₂ et Infrarouge pour O₂). Au minimum trois prises d'essai sont réalisées dans le but de rapporter une moyenne représentative d'une grande partie de l'échantillon.



Figure 7 : Analyseur LECO ONH836

Analyses C et S par combustion

La combustion sous Oxygène pur d'une masse d'environ 1g est réalisée dans un creuset, cette fois-ci en céramique, placé à l'intérieur d'un four. Les gaz libérés lors de la montée en température, CO₂ et SO₂, sont alors dosés à travers des cellules Infrarouge permettant de remonter aux teneurs élémentaires en Carbone et Soufre.



ISO 9001 et 17025 accrédité

Copyright © 2021 Eurofins Scientific | Rev: 3.29.2021 M-053921 EAG.COM



Figure 8 : Analyseur LECO CS844

Applications & Limites de détection

Sont analysables par le biais de ces divers instruments tous les matériaux inorganiques de types métalliques (Si, Cu, Ni, Co), alliages (superaliages Nickel), solutions solides (aciers, NiTi alliage à mémoire de forme), matériaux réfractaires (SiC, Ta, W), oxydes (Al₂O₃), nitrures (Si₃N₄).

Limites de détections ultimes : exemple d'un cuivre de pureté 7N

| Element | Limite de détection ultime (en ppmwt) |
|---------|---------------------------------------|
| H | 0.1 |
| C | 1 |
| N | 1 |
| O | 1 |
| S | 1 |

Figure 9: Tableau des limites de détection ultimes lors de l'analyse d'un échantillon de Cuivre de haute pureté

Accréditation ISO 17025 pour les analyses H, N, O, C et S

Notre politique d'amélioration continue a conduit notre laboratoire à être accrédité par le COFRAC selon la norme ISO 17025. Cette accréditation a récemment été renouvelée jusqu'en 2022.

Nos prestations d'analyses de gaz interstitiels H, N/O, C/S ont reçu cette accréditation pour les matériaux les plus communément analysés, à savoir Cuivre, Aciers, Alliages de Nickel, Alliages de Titane et Alliages d'Aluminium. La portée d'accréditation est disponible sur le site www.cofrac.fr avec le numéro 1-1993.

Exemple de matrices sous la portée d'accréditation 17025 - Aciers et fontes

| Element | Concentrations sous la portée d'accréditation (en ppmwt) |
|---------|--|
| C | 100 à 4000 |
| N | 30 à 300 |
| O | 10 à 150 |
| S | 5 à 250 |
| H | 0.5 à 10 |

Figure 10 : Tableau des concentrations en éléments sous la portée d'accréditation ISO 17025

Une qualité d'analyse optimale

Nos méthodes d'analyses sont développées en interne en s'appuyant sur les normes de l'American Society for Testing and Materials (ASTM) comme par exemple:

- ASTM E-1447: H dans Ti et alliages de Ti
- ASTM E-1019: C, S, N, O dans aciers, Fe, Ni/Co et alliages

Un contrôle quotidien de la calibration est effectué avec des matériaux de référence de haute qualité métrologique (MRC, étalons primaires) choisis auprès de fournisseurs de références comme EURONORM-MRC, JSS, ou BAM.



ISO 9001 et 17025 accrédité

Copyright © 2021 Eurofins Scientific | Rev: 3.29.2021 M-053921 EAG.COM

Analyse thermogravimétrique & Analyse thermodifférentielle – TGA/DTA

L'analyse thermogravimétrique (TGA, abréviation de Thermogravimetric Analysis) mesure le changement de masse d'un matériau en fonction de la température et du temps, sous atmosphère contrôlée. L'utilisation de la TGA permet par exemple l'évaluation du contenu volatile, de la stabilité thermique, ou encore des caractéristiques de dégradation, du comportement au frittage ou de la cinétique de dégradation.

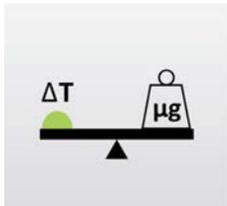


Figure 11 : Principe simplifié du principe de mesure par TGA/DTA

En ce qui concerne l'analyse thermique différenciée (ou DTA, Differential Thermal Analysis) elle repose sur le suivi de la différence de température entre un échantillon et une référence inerte, différence causée par des événements thermiques internes au matériau. Cette différence de température peut résulter d'un changement de la composition chimique ou de la structure cristalline du matériau étudié.

Un nouvel instrument a été intégré au laboratoire en 2019, le Setaram LABSYS evo. La possibilité de réaliser des mesures depuis l'ambiante jusqu'à une température de 1600°C permet l'étude de matériaux métalliques à haute tenue en température mais également de matériaux céramiques. L'étude est possible avec adaptation de l'atmosphère en fonction des besoins spécifiques.



Figure 12 : Instrument Setaram LABSYS evo

Tous les types de solides peuvent être analysés, sans préparation préalable de l'échantillon, y compris poudres, granulés, flocons, etc. L'analyse peut être qualitative ou bien quantitative.

Nous sommes prêts à adapter nos protocoles et procédures analytiques afin de vous aider à apporter des éléments de réponse à vos problématiques. Ces dernières peuvent concerner:

- L'étude de composition, la déformulation
- La mesure de points de fusion, de la perte au feu
- L'étude de réactions chimiques (hydrogénation, cinétique de réaction, pyrolyse, frittage, ...)
- Le suivi de dégradations, l'étude de stabilité thermique
- La comparaison entre plusieurs lots, l'analyse de défaillance, et bien plus encore

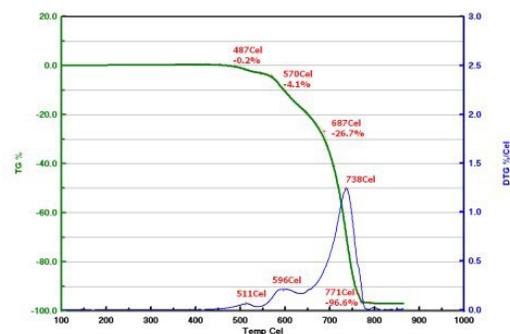


Figure 13 : Exemple de résultat obtenu par TGA/DTA

Analyse des éléments majeurs par Spectrométrie d'Émission Optique à Plasma Induit - ICP-OES

Afin de compléter les analyses élémentaires de traces par GDMS et IGA notre laboratoire vous propose l'analyse par spectrométrie d'émission optique à plasma induit (ICP-OES) pour un dosage complémentaire des éléments majeurs de composition supérieure à 0.1% en masse. Il s'agit d'une technique multi élémentaire dite « humide » puisque les échantillons analysés sont introduits sous forme liquide après une étape de minéralisation acide.

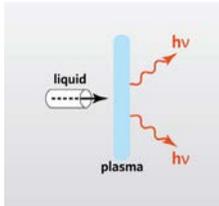


Figure 14: Schéma simplifié du principe de mesure par ICPOES

Le laboratoire s'est pourvu en 2020 d'un instrument Analytik Jena PQ9000 pour la réalisation de ces prestations.



Figure 15: Instrument Analytik Jena PQ9000

Pour réaliser la mise en solution préliminaire à l'analyse de poudre ou de solide massif, nous disposons de méthodes de préparations mécaniques (mise en copeaux, broyage, découpe de zones...) ainsi que d'un panel complet de méthodes de digestions chimiques adaptées aux matrices les plus complexes

(plaque chauffante, la digestion assistée par micro-ondes, ou bien encore un système de digestion par bombes à haute pression).

Étalonnage & Calibration externe

L'analyse des échantillons est effectuée après un étalonnage adéquat de l'appareil, et une vérification minutieuse de critères bien définis comme l'intensité de signal, la stabilité ou bien le taux d'oxydes.

L'instrument est ensuite calibré afin de mesurer sa réponse en fonction de la concentration à analyser. Cette calibration est réalisée grâce à des solutions élémentaires, diluées dans des proportions convenables.

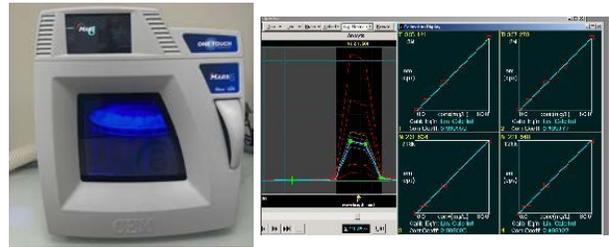


Figure 16 : Système de minéralisation assistée par micro-ondes (à gauche) et droites de calibration instrumentales (à droite)

Applications et performances

Notre instrumentation ICPOES est essentiellement dédiée à l'analyse des concentrations majeures sur des matrices organiques ou inorganiques dont la digestion acide est possible, telles que les alliages métalliques ou les oxydes.

Cependant, la sensibilité et la robustesse de l'appareil permettent d'atteindre des limites de détection de l'ordre du ppm, permettant l'analyse de concentrations traces dans des matrices peu chargées.

La technique d'analyse ICPOES permet d'atteindre de manière générale des incertitudes inférieures à 5% pour les concentrations supérieures à 1 wt%, et inférieures à 10% pour des concentrations supérieures à 1 wt%.



ISO 9001 et 17025 accrédité

Copyright © 2021 Eurofins Scientific | Rev: 3.29.2021 M-053921 EAG.COM

Nos procédures impliquent la pesée de trois prises d'essai par échantillon. Il est alors in fine possible de rapporter la moyenne associée à ces trois prises d'essai ainsi que l'écart type relatif entre ces mesures, traduisant la dispersion des mesures et donc l'homogénéité du matériau.

| Element | Concentration (en wt%) | Spécification (en wt%) |
|---------|------------------------|------------------------|
| Si | 0.381+/-0.006 | < 0.75 |
| Cr | 19.50+/-0.08 | 18-20 |
| Mn | 1.76+/-0.01 | 2 max |
| Fe | Balance | Balance |
| Ni | 9.71+/-0.03 | 8-12 |

Figure 17 : Exemple d'analyse d'un échantillon de type acier et confrontation aux spécifications client

L'exemple d'illustration apparaissant dans le tableau ci-dessus (figure 18) montre que les concentrations obtenues après mesure par ICPOES sont conformes aux attentes client, puisqu'elles répondent aux spécifications. De plus, les écarts-type associés sont très faibles, et montrent donc une faible dispersion des résultats obtenus lors des trois prises d'essai, preuve d'une très bonne homogénéité de la matière.

Nous contacter

Pour toute demande d'information concernant les techniques dont nous disposons, ou bien sur les techniques complémentaires présentes sur notre site néerlandais ainsi que nos sites américains, veuillez nous contacter par les moyens suivants:

Par téléphone: 05 61 73 15 29

Par email: info.fr@eag.com

Nous serons ravis de pouvoir vous accompagner vers la solution la mieux adaptée à vos besoins, dans les meilleurs délais.



ISO 9001 et 17025 accrédité

Copyright © 2021 Eurofins Scientific | Rev: 3.29.2021 M-053921 EAG.COM