

EUR 32.f

COMMUNAUTE EUROPEENNE DE L'ENERGIE ATOMIQUE - EURATOM

LE DOSAGE SEMI-QUANTITATIF
DE Ba, Nb, Sr, Fe, Mn ET Zn
DANS LES CARBONATITES PAR
SPECTROGRAPHIE DES RAYONS X

par

G. VOS et W. DE SPIEGELEER

1962



CENTRE COMMUN DE RECHERCHE NUCLEAIRE
ETABLISSEMENT D'ISPRA — ITALIE

Service Chimie

AVERTISSEMENT

Le présent document a été élaboré sous les auspices de la Commission de la Communauté Européenne de l'Energie Atomique (EURATOM).

Ils est précisé que la Commission d'EURATOM, ses contractants ou toute personne agissant en son nom :

- 1° — Ne garantit pas l'exactitude ou le caractère complet des informations contenues dans ce document, ni que l'utilisation d'une information, d'un équipement, d'une méthode ou d'un procédé quelconque décrits dans le présent document ne portent pas atteinte à des droits privés.
- 2° — N'assume aucune responsabilité pour les dommages qui pourraient résulter de l'utilisation d'informations, d'équipements, de méthodes ou procédés divulgués dans le présent document.

Ce rapport est vendu au prix de 30 francs belges, sur demande adressée à : PRESSES ACADEMIQUES EUROPEENNES — 98, chaussée de Charleroi, Bruxelles 6.

Le paiement se fait par versement :

- à la BANQUE DE LA SOCIETE GENERALE (Agence Ma Campagne) — compte N° 964.558,
- à la BELGIAN AMERICAN BANK and TRUST COMPANY — New York — compte N° 121.86,
- à la LLOYDS BANK (Foreign) Ltd. — 10 Moorgate — London E.C.2,

en mentionnant la référence : « EUR 32.f — Le dosage semi-quantitatif de Ba, Nb, Sr, Fe, Mn et Zn dans les carbonates par spectrographie des rayons X ».

Achévé d'imprimer par l'imprimerie E. Guyot.
Bruxelles, septembre 1962.

EUR 32.f

LE DOSAGE SEMI-QUANTITATIF DE Ba, Nb, Sr, Fe, Mn ET Zn DANS LES CARBONATITES PAR SPECTROGRAPHIE DES RAYONS X — par G. VOS et W. DE SPIEGELEER.

Centre Commun de Recherche nucléaire.

Etablissement d'Ispra (Italie) — Service Chimie.

Bruxelles, septembre 1962 — 16 pages + 2 figures.

La méthode graphique préconisée par Salmon permet le dosage rapide et semi-quantitatif de Nb, Sr et Ba dans les carbonatites.

On dose les éléments du groupe du fer par comparaison avec la raie de diffusion $L \approx 1$ de l'anticathode de W, utilisée comme étalon interne.

Ces deux techniques permettent de doser des teneurs allant de 0,01 à quelques % avec une précision relative de l'ordre de 30 % et dans des matrices de compositions très diverses.

EUR 32.f

SEMI-QUANTITATIVE DOSAGE OF Ba, Nb, Sr, Fe, Mn AND Zn IN THE CARBONATITES BY X-RAY SPECTROGRAPHY — by G. VOS and W. DE SPIEGELEER.

Joint Nuclear Research Center.

Ispra Establishment (Italy) — Chemistry Department.

Brussels, September 1962 — pages 16 + figures 2.

The graphical method suggested by Salmon allows the rapid and semi-quantitative determination of Nb, Sr and Ba in carbonatites.

Elements of the iron group are determined by comparison with the diffusion line $L \approx 1$ of the anticathode of W, used as internal standard.

This method allows the determination of concentrations in the range from 0.01 to some % with a relative precision of 30 % and in matrices of very different compositions.

EUR 32.f

SEMI-QUANTITATIVE DOSAGE OF Ba, Nb, Sr, Fe, Mn AND Zn IN THE CARBONATITES BY X-RAY SPECTROGRAPHY — by G. VOS and W. DE SPIEGELEER.

Joint Nuclear Research Center.

Ispra Establishment (Italy) — Chemistry Department.

Brussels, September 1962 — pages 16 + figures 2.

The graphical method suggested by Salmon allows the rapid and semi-quantitative determination of Nb, Sr and Ba in carbonatites.

Elements of the iron group are determined by comparison with the diffusion line $L \approx 1$ of the anticathode of W, used as internal standard.

This method allows the determination of concentrations in the range from 0.01 to some % with a relative precision of 30 % and in matrices of very different compositions.

EUR 32.f

SEMI-QUANTITATIVE DOSAGE OF Ba, Nb, Sr, Fe, Mn AND Zn IN THE CARBONATITES BY X-RAY SPECTROGRAPHY — by G. VOS and W. DE SPIEGELEER.

Joint Nuclear Research Center.

Ispra Establishment (Italy) — Chemistry Department.

Brussels, September 1962 — pages 16 + figures 2.

The graphical method suggested by Salmon allows the rapid and semi-quantitative determination of Nb, Sr and Ba in carbonatites.

Elements of the iron group are determined by comparison with the diffusion line $L \approx 1$ of the anticathode of W, used as internal standard.

This method allows the determination of concentrations in the range from 0.01 to some % with a relative precision of 30 % and in matrices of very different compositions.

.

EUR 32 . f

COMMUNAUTE EUROPEENNE DE L'ENERGIE ATOMIQUE - EURATOM

LE DOSAGE SEMI-QUANTITATIF
DE Ba, Nb, Sr, Fe, Mn ET Zn
DANS LES CARBONATITES PAR
SPECTROGRAPHIE DES RAYONS X

par

G. VOS et W. DE SPIEGELEER

1962



CENTRE COMMUN DE RECHERCHE NUCLEAIRE
ETABLISSEMENT D'ISPRA — ITALIE
Service Chimie

TABLE DES MATIERES

1 — INTRODUCTION	5
2 — INFLUENCE DES DIVERS PARAMETRES	6
2.1 Reproductibilité des lectures	6
2.2 Conditions d'excitation et d'analyse du spectre	6
2.3 Nature de la matrice	7
2.4 Technique de préparation de l'échantillon	7
3 — ETALONNAGE ET VALIDITE DES METHODES	8
3.1 Préparation des échantillons de référence (commune aux deux méthodes)	8
3.2 Méthode utilisant le fond continu comme « étalon interne »	8
3.3 Méthode utilisant une raie de diffusion de l'anticathode comme « étalon interne »	8
4 — DOSAGE DES IMPURETES DANS LES CARBONATITES ET SILICATES	8
5 — CONCLUSIONS	9
BIBLIOGRAPHIE	10

LISTE DES FIGURES

Fig. 1 — Mesure de l'intensité de la raie $K\alpha Nb$ et du fond continu	17
Fig. 2 — Mesure de l'intensité de $K\alpha Fe$ et de $L\alpha_1 W$	19

LISTE DES TABLEAUX

Tableau	I — Reproductibilité de la mesure du rapport d'intensité $K\alpha/F.C.$	11
Tableau	II — Influence de la tension d'excitation du tube à rayons X	11
Tableau	III — Influence de la vitesse angulaire du détecteur (cas du rapport $K\alpha/F.C.$)	11
Tableau	IV — Influence de la vitesse angulaire du détecteur (cas du rapport $K\alpha/L\alpha_1$ anticathode)	12
Tableau	V — Influence de la nature de la matrice (cas du rapport $K\alpha/F.C.$)	12
Tableau	VI — Influence de la nature de la matrice (cas du rapport $K\alpha/L\alpha_1W$)	12
Tableau	VII — Influence du pastillage (cas du rapport $K\alpha/F.C.$)	13
Tableau	VIII — Influence du pastillage (cas du rapport $K\alpha/L\alpha_1W$)	13
Tableau	IX — Méthode du fond continu	14
Tableau	X — Méthode utilisant une raie de l'anticathode	14
Tableau	XI — Dosage semi-quantitatif de Nb, Sr et Ba	15
Tableau	XII — Dosage semi-quantitatif de Zn, Fe et Mn	16

LE DOSAGE SEMI-QUANTITATIF DE Ba, Nb, Sr, Fe, Mn ET Zn DANS LES CARBONATITES PAR SPECTROGRAPHIE DES RAYONS X

RESUME

La méthode graphique préconisée par Salmon permet le dosage rapide et semi-quantitatif de Nb, Sr et Ba dans les carbonatites.

On dose les éléments du groupe du fer par comparaison, avec la raie de diffusion $L\alpha_1$ de l'anticathode de W, utilisée comme étalon interne.

Ces deux techniques permettent de doser des teneurs allant de 0,01 à quelques % avec une précision relative de l'ordre de 30 % et dans des matrices de compositions très diverses.

SUMMARY

The graphical method suggested by Salmon allows the rapid and semi-quantitative determination of Nb, Sr and Ba in carbonatites.

Elements of the iron group are determined by comparison with the diffusion line $L\alpha_1$ of the anticathode of W, used as internal standard.

This method allows the determination of concentrations in the range from 0.01 to some % with a relative precision of 30 % and in matrices of very different compositions.

1. — INTRODUCTION

Les variations de composition chimique d'un groupe d'échantillons minéralogiques, même relativement homogène comme les carbonatites, influent de façon défavorable sur la précision et la reproductibilité de leur analyse par spectrographie X.

Divers auteurs proposent des solutions plus ou moins élégantes, visant à remédier aux inconvénients précédents. Wedepohl (1) utilise As et Mo comme standards internes, introduisant ainsi une opération supplémentaire dans la préparation de l'échantillon.

D'autres analystes (2) (3) comparent les spectres obtenus à une raie de diffusion de l'anticathode utilisée comme standard interne. Nous utilisons cette méthode pour le dosage de Fe, Mn et Zn.

Lorsque les raies à analyser sont trop éloignées des raies de diffusion de l'anticathode, les coefficients d'absorption deviennent par trop différents et la méthode précédente ne peut plus s'appliquer. C'est notamment le cas du dosage de Ba, Nb ou Sr par leurs raies $K\alpha$.

Compte tenu des remarques précédentes, Salmon (4), se basant sur une observation de Kemp et Anderman (5), propose une méthode de dosage rapide par comparaison de la raie analytique au bruit de fond. On a en effet constaté que les intensités de cette raie et du fond continu décroissent de façon similaire en fonction de l'augmentation du coefficient d'absorption massique. Le rapport crête sur fond est donc, en première approximation, indépendant des variations de la matrice. La mesure des deux grandeurs s'effectue par méthode graphique.

Les deux méthodes proposées présentent plusieurs avantages :

- rapidité du dosage (la préparation de l'échantillon ne nécessite qu'un broyage à 200 mesh);
- combinaison de l'analyse qualitative et quantitative;
- conservation d'un document.

Il convient toutefois de prendre garde aux interférences provoquées par des raies d'ordre supérieur.

Il est également à remarquer que Van Wambeke (6) a mis au point une méthode de dosage du Nb dans les carbonatites qui n'est pas directement applicable au dosage des autres éléments mentionnés plus haut.

2. — INFLUENCE DES DIVERS PARAMETRES

2.1. — Reproductibilité des lectures

Les figures 1 et 2 montrent la méthode de détermination graphique des hauteurs des raies, soit par rapport au fond continu (fig. 1), soit par rapport à une raie de diffusion de l'anticathode après déduction du fond continu (fig. 2).

Ce procédé introduit une certaine incertitude dont le tableau I est un exemple tiré du dosage du Nb par rapport au fond continu. Toutes les mesures d'intensités sont données en unités arbitraires.

Les fluctuations de mesure peuvent être estimées à 10 % relatifs, compte tenu des fluctuations statistiques.

2.2. — Conditions d'excitation et d'analyse du spectre

Comme le montre le tableau II, les variations de tension d'excitation du tube à rayons X ont une influence peu marquée sur la valeur du rapport crête sur fond continu. On n'a toutefois pas intérêt à travailler à une tension trop faible, car les fluctuations statistiques finissent par devenir prépondérantes et certaines raies ne sont plus excitées. De même, les variations de vitesse angulaire de l'ensemble cristal analyseur-détecteur sont pratiquement sans influence sur les rapports crête/F.C. ou raie $K\alpha$ /raie $L\alpha$ de l'anticathode. On doit toutefois veiller à utiliser une constante de temps d'intégration appropriée (tableaux III et IV). Compte tenu du facteur temps, nous choisissons la vitesse angulaire la plus rapide, soit 2°/mn.

En résumé, les conditions expérimentales sont :

Anticathode W	Cristal LiF	Scintillateurs
50 kV	20 Ma	Vitesse ang. 2°/mn.
Constante de temps	collimateur 160 μ atm. air	

2.3. — Nature de la matrice

a) Cas du fond continu (F.C.) utilisé comme « étalon interne ». Cette technique est particulièrement justifiée pour le dosage des éléments Sr, Nb, Ba et Y dont les raies $K\alpha$ se situent dans un domaine où le fond continu, émis par une anticathode de W, est particulièrement élevé et, en gros, constitué de longueurs d'ondes du même ordre que les raies à doser.

La mesure décrite dans la figure 1 suppose que le rapport crête/F.C. est indépendant des variations de coefficient d'absorption massique et par conséquent de la nature de la matrice.

Le tableau V montre qu'il en est à peu près ainsi, surtout pour les matrices ayant des coefficients d'absorption massiques élevés. Les carbonatites étant essentiellement polluées par des éléments « lourds », la méthode de dosage préconisée est particulièrement valable.

Dans le cas de matrices légères, on peut avoir intérêt à les incorporer à des substances plus absorbantes.

b) Cas de la raie $L\alpha_1$ (anticathode) utilisée comme « étalon interne ». Cette technique est particulièrement recommandée pour le dosage de Fe, Mn et Zn dont les raies $K\alpha$ sont proches de la raie $L\alpha$ du W, dans une région où le fond continu comporte une part non négligeable de longueurs d'ondes d'ordre supérieur.

Le tableau VI montre que le rapport de la raie à doser sur la raie $L\alpha$ de l'anticathode est relativement indépendant de la nature de la matrice.

2.4. — Technique de préparation de l'échantillon

Les tableaux VII et VIII montrent que le pastillage n'est pas une opération indispensable.

Il permet toutefois de conserver les échantillons sous une forme commode et aisément maniable.

Dans le cas d'utilisation directe de poudres, la granulométrie doit être inférieure à 200 mesh.

3. — ETALONNAGE ET VALIDITE DES METHODES

3.1. — Préparation des échantillons de référence (commune aux deux méthodes)

On mélange du CaCO_3 Merck de granulométrie inférieure à 200 mesh à l'impureté de référence introduite soit sous forme élémentaire, soit sous forme d'oxyde, de carbonate ou de nitrate. L'utilisation de chlorures, sulfates ou phosphates est à proscrire afin de réduire certains effets d'absorption à courte distance.

On mélange 10 minutes à la Pulvérisette de Fritsch, ajoute 10 % d'éthylène glycol et pastille à 2 tonnes par cm^2 . Le poids des pastilles utilisées est d'environ 10 g.

3.2. — Méthode utilisant le fond continu comme « étalon interne »

Le tableau IX résume les résultats obtenus sur le dosage de Sr, Ba et Nb dans des échantillons synthétiques de carbonatite.

Le facteur de concentration présente des variations inférieures à 20 % par rapport à la concentration. Les sensibilités limites estimées sont de :

0,002 % pour Nb et Sr
0,01 % pour Ba

dans les conditions opératoires actuelles.

La faible sensibilité relative de détection du Ba s'explique par le potentiel d'excitation nettement plus élevé de cet élément.

3.3. — Méthode utilisant une raie de diffusion de l'anticathode comme « étalon interne »

Le tableau X résume les résultats obtenus avec des échantillons synthétiques sur le dosage de Zn, Fe, Mn.

Les facteurs de concentration ne présentent que des variations de 10 à 20 % dans le domaine des concentrations étudiées, ordre de grandeur des erreurs de mesure.

La sensibilité limite de détection peut être estimée à

0,02 % pour Fe
0,02 % pour Mn
0,002 % pour Zn

Le travail sous vide permettrait d'abaisser légèrement ces limites pour Fe et Mn.

4. — DOSAGE DES IMPURETES DANS LES CARBONATITES ET SILICATES

Les tableaux XI et XII donnent, à titre d'exemple, les résultats d'analyses effectuées sur des échantillons minéralogiques de divers types. Nous pouvons constater que, malgré un large éventail de concentrations, les résultats obtenus par fluorescence X ne s'écartent pas, *en moyenne*, de plus de 30 % des résultats obtenus par analyse chimique.

Les domaines de concentrations dans lesquels il semble le plus intéressant de travailler sont :

0,05 à 5 % pour Fe, Mn, Zn
0,01 à 1% pour Nb, Sr, Ba

5. CONCLUSIONS

Les deux techniques décrites permettent d'effectuer très rapidement (une demi-heure par diagramme) le dosage semi-quantitatif d'un certain nombre d'éléments dans des matrices très diverses.

La préparation de l'échantillon est minime et combine en une seule opération l'analyse qualitative et quantitative, tout en conservant une précision en général acceptable. L'utilisation d'un spectrographe à R.X. à tension d'excitation supérieure à 60 kV nous permettrait d'étendre l'application de ces méthodes à des éléments plus lourds que Ba, tels que Ce et La.

Nous exprimons nos remerciements à M. Van Wambeke et à ses collaborateurs pour l'aide qu'ils nous ont apportée à la réalisation de ce travail.

BIBLIOGRAPHIE

- 1 — WEDEPOHL K.H. — Z. Für Anal. Chem. Band **180**, p. 247 (1961).
- 2 — KEMP J.W. et ANDERMAN G. — Spectro. Chim. Acta **8**, 114 (1956).
- 3 — Spectrographer's Newsletter **9**, n° 4 (1956).
- 4 — SALMON M.L. — Advances in X-Ray analysis vol. **3**, p. 139, Plenum Press N.Y.
- 5 — ANDERMAN G. et KEMP J.W. — Anal. Chem. vol. **30**, p. 1306 (1958).
- 6 — VAN WAMBEKE L. — Economic Geology vol. **55**, n° 4, p. 732 (1960).

TABLEAU I

Reproductibilité de la mesure du rapport d'intensité $K_z/F.C.$

Elément	Teneur	Matrice	Intensité de la raie K_z	Intensité du F.C.	Rapport d'intensité $K_z/F.C.$	N° de l'essai
Nb	0,1 %	CaCO ₃	80	57	1,40	A
Nb	0,1 %	CaCO ₃	117	92,5	1,26	B
Nb	0,1 %	CaCO ₃	76	56	1,36	C

TABLEAU II

Influence de la tension d'excitation du tube à rayons X

Elément	Teneur	Matrice	Conditions d'excitation	Intensité K_z Nb	Intensité F.C.	Rapport $K_z/F.C.$
Nb	0,1 %	CaCO ₃	50 kV 20 ma	78	56	1,39
Nb	0,1 %	CaCO ₃	40 kV 24 ma	60	40	1,50
Nb	0,1 %	CaCO ₃	30 kV 32 ma	30	23	1,43

TABLEAU III

Influence de la vitesse angulaire du détecteur (cas du rapport $K_z/F.C.$)

Elément à doser	Teneur	Matrice	Vitesse angulaire	Constante de temps	Intensité K_z Nb	Intensité F.C.	Rapport $K_z/F.C.$
Nb	0,1 %	CaCO ₃	0,5°/mn	4	76	56	1,36
Nb	0,1 %	CaCO ₃	1°/mn	2	78	56	1,39
Nb	0,1 %	CaCO ₃	2°/mn	1	76	56	1,36

TABLEAU IV

*Influence de la vitesse angulaire du détecteur
(cas du rapport K_{z1}/L_{z1} , anticathode)*

Elément à doser	Teneur	Matrice	Vitesse angulaire	Constante de temps	Intensité K_{z1} Zn	Intensité $L_{z1}W$	Rapport $K_{z1} Zn/L_{z1}W$
Zn	0,1 %	CaCO ₃	0,5°/mn	4	90	132	0,68
Zn	0,1 %	CaCO ₃	1°/mn	2	91	130	0,70
Zn	0,1 %	CaCO ₃	2°/mn	1	93	135	0,69

TABLEAU V

Influence de la nature de la matrice (cas du rapport $K_{z1}/F.C.$)

Elément à doser	Teneur	Matrice	Coefficient * d'abs. massique	Intensité K_{z1} Nb	Intensité F.C.	Rapport $K_{z1} Nb/F.C.$
Nb	1 %	MgO	3,85	308	19	16,2
Nb	1 %	SiO ₂	5,08	221	14	15,8
Nb	1 %	CaCO ₃	9,68	140	11	12,8
Nb	1 %	K ₂ CO ₃	11,64	111	9,0	12,3
Nb	1 %	Fe ₂ O ₃	31,58	62,5	5,0	12,5

* Calculé pour $K_{z1} Nb = 0,75 \text{ \AA}$

TABLEAU VI

Influence de la nature de la matrice (cas du rapport $K_{z1}/L_{z1}W$)

Elément à doser	Teneur	Matrice	Coefficient * d'abs. massique	Intensité K_{z1} Zn	Intensité $L_{z1}W$	Rapport $K_{z1} Zn/L_{z1}W$
Zn	0,17 %	50%SiO ₂ —50%Al ₂ O ₃	27,2	354	222	1,59
Zn	0,17 %	CaCO ₃	65,3	160	132	1,21

* Calculé pour $\lambda = 1,50 \text{ \AA}$

TABLEAU VII

Influence du pastillage (cas du rapport $K\alpha/F.C.$)*

Élément à doser	Teneur	Matrice	Nature de l'échantillon	Intensité $K\alpha$	Intensité F.C.	Rapport $K\alpha/F.C.$
Nb	0,1 %	CaCO ₃	pastille	80	57	1,40
Nb	0,1 %	CaCO ₃	poudre	76	51	1,49
Nb	1 %	CaCO ₃	pastille	281	22	12,8
Nb	1 %	CaCO ₃	poudre	277	21	13,9
Sr	0,1 %	K ₂ SO ₄	pastille	125	64	1,95
Sr	0,1 %	K ₂ SO ₄	poudre	118	61	1,93
Sr	1 %	K ₂ SO ₄	pastille	440	27	16,3
Sr	1 %	K ₂ SO ₄	poudre	430	25	17,2

* Conditions : tube W 50 kV 20 Ma; cristal LiF; scintillateur; 1°/mn

TABLEAU VIII

Influence du pastillage (cas du rapport $K\alpha/L\alpha_1W$)*

Élément à doser	Teneur	Matrice	Nature de l'échantillon	Intensité $K\alpha$	Intensité $L\alpha_1W$	Intensité $K\alpha/L\alpha_1W$
Fe	0,1 %	CaCO ₃	pastille	18	137	0,13
Fe	0,1 %	CaCO ₃	poudre	18	137	0,131
Fe	1 %	CaCO ₃	pastille	161	143	1,12
Fe	1 %	CaCO ₃	poudre	156	144	1,08
Zn	0,1 %	CaCO ₃	pastille	94	137	0,69
Zn	0,1 %	CaCO ₃	poudre	94	135	0,70
Zn	1 %	CaCO ₃	pastille	440	59	7,45
Zn	1 %	CaCO ₃	poudre	441	57	7,73

* Conditions : tube W 50 kV 20 Ma; cristal LiF; scintillateur; 1°/mn

TABLEAU IX

Méthode du fond continu

Elément à doser	Teneur	Matrice	Intensité K_z	Intensité F.C.	Rapport $K = K_z/F.C.$	Rapport $K/Conc.$
Nb	1 %	CaCO ₃	216	18	12,0	12
Nb	0,1 %	CaCO ₃	117	92,5	1,26	12,6
Nb	0,01 %	CaCO ₃	11	89	0,123	12,3
Sr	1 %	CaCO ₃	430	25	15,6	17,2
Sr	0,1 %	CaCO ₃	118	61	1,93	19,3
Sr	0,01 %	CaCO ₃	9	57	0,16	16
Ba	1 %	CaCO ₃	160	80	2,0	2,0
Ba	0,1 %	CaCO ₃	41	205	0,2	2,0

TABLEAU X

Méthode utilisant une raie de l'anticathode

Elément à doser	Teneur	Matrice	Intensité K_z	Intensité L_zW	Rapport $K = K_z/L_zW$	Rapport $K/Conc.$
Zn	1 %	CaCO ₃	138	17	7,66	7,66
Zn	0,1 %	CaCO ₃	69	105	0,66	6,66
Zn	0,01 %	CaCO ₃	7	108	0,065	6,65
Fe	5 %	CaCO ₃	238	49	4,85	0,93
Fe	1 %	CaCO ₃	121	108	1,12	1,12
Fe	0,1 %	CaCO ₃	12	102	0,117	1,17
Mn	5 %	CaCO ₃	157	52	3,02	0,60
Mn	1 %	CaCO ₃	61	105	0,58	0,58
Mn	0,1 %	CaCO ₃	6	112	0,055	0,55

TABLEAU XI

Dosage semi-quantitatif de Nb, Sr et Ba

Echantillon	Matrice	Niobium %			Strontium %			Baryum %		
		Chimie	R.X.	Erreur	Chimie	R.X.	Erreur	Chimie	R.X.	Erreur
KAI/H/5/11	carbonatite	ND	ND	ND	0,93	0,69	26	0,09	0,06	33
KAI/H/25/25	carbonatite	0,25	0,19	24	ND	ND	ND	ND	ND	ND
KAI/H/26/6	carbonatite (10 % BaO)	0,02	0,02	0	0,93	0,65	30	8,64	7,5	13
KAI/H/34/2	carbonatite	0,28	0,20	28	ND	ND	ND	ND	ND	ND
15 109 s	FeO/MnO	ND	ND	ND	0,69	0,50	28	ND	ND	ND
110 s	silicate	ND	ND	ND	0,16	0,22	38	ND	ND	ND
111 s	carbonatite	ND	ND	ND	0,45	0,50	11	0,11	0,07	36
112 s	carbonatite	ND	ND	ND	0,15	0,22	47	0,11	0,08	27
113 s	carbonatite	0,01	0,01	0	0,14	0,14	0	< 0,05	0,05	—
115 s	silicate	ND	ND	ND	0,29	0,40	28	ND	ND	ND
116 s	carbonatite (28,5 % Fe ₂ O ₃)	0,025	0,040	60	0,18	0,17	5	ND	ND	ND
H/4/2	silicate	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0,13	0,21	61
H/25/7	silicate	ND	ND	ND	ND	ND	ND	1,4	1,05	25

ND = non dosé

TABLEAU XII

Dosage semi-quantitatif de Zn, Fe, Mn

Echantillon	Matrice	Zinc %			Fer %			Manganèse %		
		Chimie	R.X.	Erreur	Chimie	R.X.	Erreur	Chimie	R.X.	Erreur
KAI/H/5/11	carbonatite	ND	ND	ND	1,26	1,30	3	0,24	0,33	37
KAI/H/26/6	carbonatite	ND	ND	ND	ND	ND	ND	3,88	3,95	2
KAI/H/4/2	silicate	0,01	0,02	—	ND	ND	ND	0,38	0,48	26
KAI/H/19/1	silicate	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0,21	0,35	67
KAI/H/25/7	silicate	0,47	0,43	—	12,95	20	60	1,71	3,10	81
KAI/H/25/25	carbonatite	ND	ND	ND	7,2	6,02	16	ND	ND	ND
111 S	carbonatite	ND	ND	ND	1,15	0,85	28	0,36	0,41	12
112 S	carbonatite	ND	ND	ND	2,35	2,09	13	0,68	0,66	2
113 S	carbonatite	ND	ND	ND	0,77	0,60	20	0,03	0,05	66
116 S	carbonatite	ND	ND	ND	19,95	11,7	40	1,24	1,22	2
4	silicate	0,10	0,13	—	ND	ND	ND	ND	ND	ND

ND = non dosé

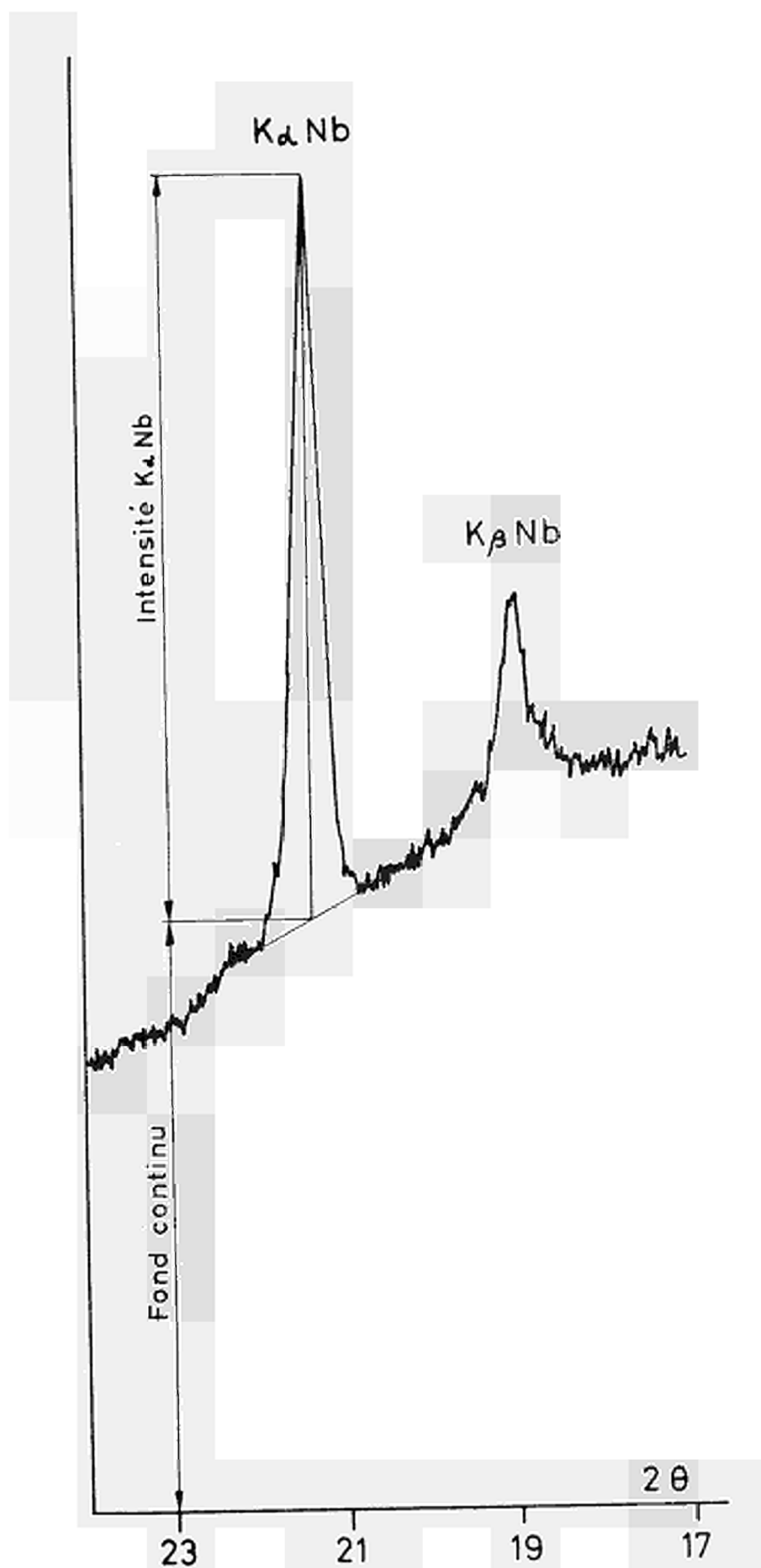


FIG.1 - MESURE DE L'INTENSITE DE LA RAIE $K_{\alpha} Nb$ ET DU FOND CONTINUU

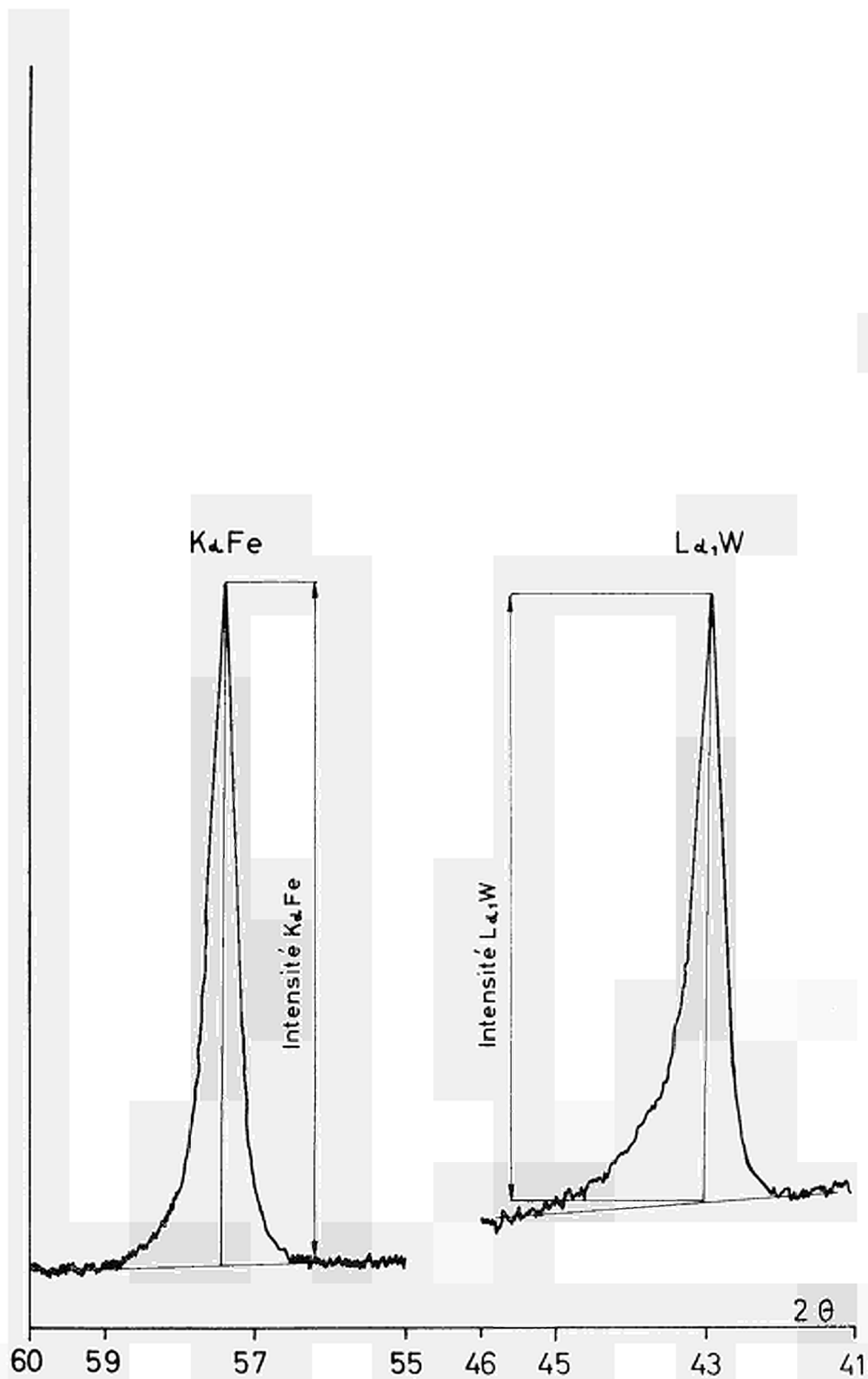


FIG. 2 - MESURE DE L'INTENSITE DE $K_{\alpha}Fe$ ET DE $L_{\alpha,W}$



CDNA000032FRC