Laboratoire d'Hydrologie et de Géochimie de Strasbourg
UMR 7517 – CNRS , Université de Strasbourg / EOST, ENGEES
1 rue Blessig 67084 Strasbourg Cedex -- tél. 03 68 85 05 59 --
https://www.lhyges.unistra.fr

Chaine de traitement et d'analyse géochimique des échantillons d'un profil de sol granitique

Une masse représentative d'échantillon est prélevée sur le terrain pour être concassée, divisée et broyée en différentes granulométries puis distribuée dans les différents services analytiques de géochimie. Les temps moyens de traitement reportés sur l'organigramme de la chaine analytique (en fin de chapitre) sont donnés pour une personne temps-plein dédiée à une tâche donnée et pour une série de 10 échantillons. Ces temps s'entendent hors aléa technique et en fonction de la disponibilité des équipements. Ils prennent néanmoins en compte l'ensemble des étapes de préparation et de nettoyage du matériel.
Sur l'organigramme, les encadré vert correspondent au traitement mécanique de la roche et à la préparation des poudres et sables. Les encadrés bleus délimitent les traitements chimiques des poudres (dissolution, extraction et purification des éléments), et enfin les encadrés rouges sont relatifs aux mesures isotopiques et élémentaires.
Les étoiles notées de 1 à 7 sur l'organigramme ponctuent certaines étapes "critiques" actuellement surveillées dans une démarche de contrôle qualité concernant la représentativité des sous-échantillonnages successifs, la pollution liée aux opérations de concassage, la dissolution chimique des poudres, l'utilisation de certains standards isotopiques, et le croisement des résultats entre méthodes. Ce sont ces points qui sont repris ci-dessous car ils mettent en avant la difficulté d'obtenir une analyse propre, mais également les éléments pour lesquels un pôle analytique actif et innovant justifie pleinement sa présence au Laboratoire et plus généralement dans le milieu de la géochimie isotopique.

1. Cette étape de concassage entre deux disques d'acier dur (acier trempé inox Fe-C-Cr) risque de contaminer l'échantillon, notamment en Fe et Cr. Une "déférification" par aimant est donc ajoutée afin de retirer les copeaux des pièces d'acier. En guise de test, un sable de Fontainebleau a été écrasé longuement entre ces pièces d'acier puis déférifié, puis broyé à 100µ à l'agate et comparé au même sable simplement broyé à l'agate. Il n'y a pas de différence significative sur les éléments Fe et Cr suggérant l'efficacité de la dépollution ou le caractère négligeable de cette dernière.

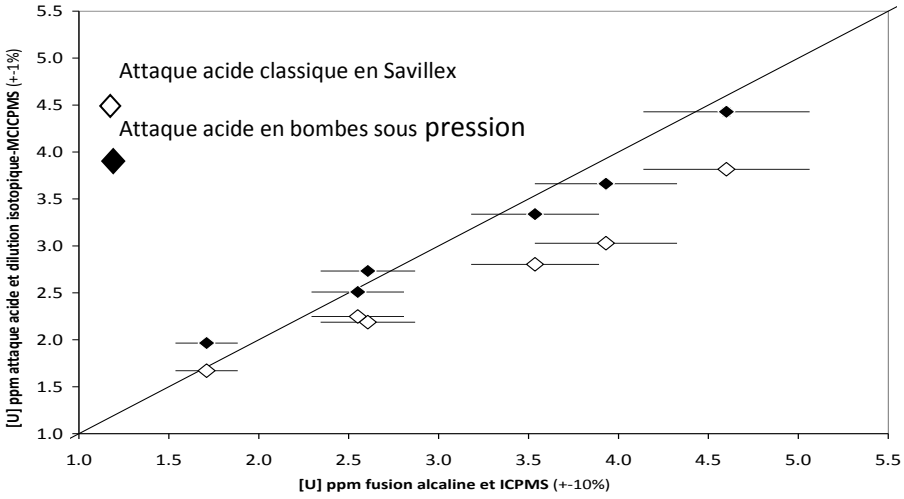
2. La déférification à l'aimant retire également d'éventuels minéraux ferromagnétiques (oxydes de manganèse, hématite, etc.) dont on voudrait qu'ils restent dans l'échantillon. Un tri doit donc être fait sur l'aimant pour récupérer ces minéraux. Des disques en acier trempé inoxydable traités en surface par un alliage ultra dur de TiAlN (dureté proche de 9 Mohs, bien au-dessus du Quartz) sont en cours d'usinage par la société Oerlikon Balzer pour un concassage sans contamination et sans tri magnétique.

3. Le quartage d'un granula de 2 mm de granite présente le risque de fournir un sous-échantillon non représentatif de la roche initiale. 3x 200g ont été quartés à partir d'un même échantillon de 4kg concassé à 2mm. L'ensemble de la procédure analytique (majeurs, traces et isotopes) a été menée sur ces 3 sous-échantillons traités séparément. Il ne ressort aucune différence notable sur les résultats en éléments majeurs et traces mais une légère différence apparaît sur le rapport isotopique $^{232}Th/^{230}Th$ (~1.5%) et une différence assez significative sur les isotopes du Sr (4.10^{-4}). Cette dernière différence en Sr est à relativiser au vu des grandes variations mesurées dans ce profil de sol (de 0.794 à 0.810)

4. L'analyse par comptage Gamma permet de mesurer les teneurs en radionucléides ^{226}Ra et ^{228}Ra par une méthode indépendante de la spectrométrie de masse (chemin 4-5). Le comptage Gamma est long, moins précis et nécessite bien plus de masse d'échantillon (5 à 7 g contre 0.1 à 0.5 g). En contrepartie, la charge de travail demeure bien plus faible en homme/jour que celle requise par les analyses de chimie séparative puis spectrométrie de masse. La comparaison faite au Laboratoire des résultats obtenus par les deux méthodes est excellente (échantillons de sols, eaux et végétaux) et confirme la pertinence des deux approches (et le caractère complet de la dissolution acide – point 5).

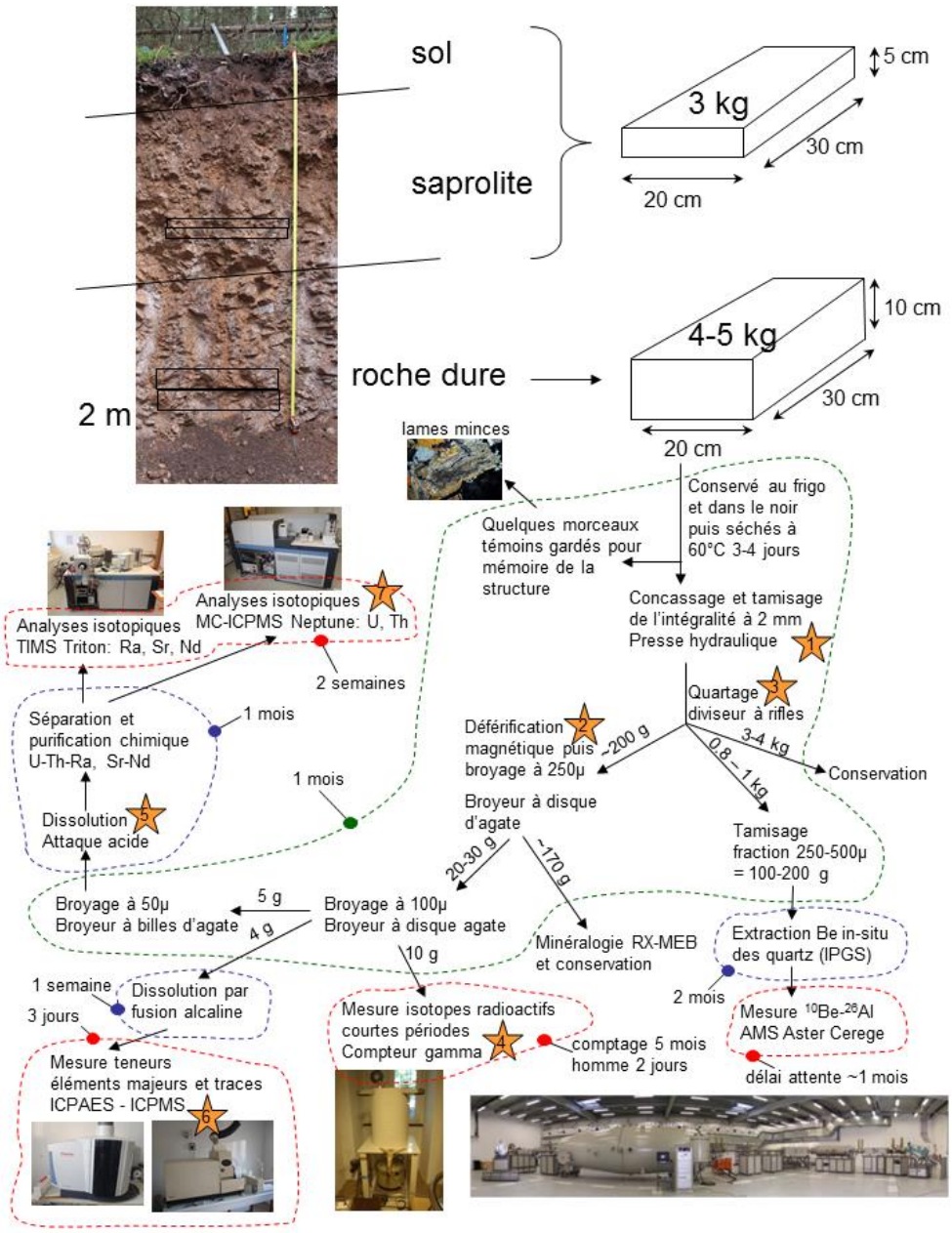
5. Le caractère complet des attaques acides est contrôlé occasionnellement en observant au MEB les culots de centrifugation finaux avant séparation chimique. Sur certains échantillons comme des sédiments de rivière, il subsiste des minéraux réputés très peu solubles comme les zircons ou titanite malgré une solution d'attaque limpide de visu. Pour ce type d'échantillons l'attaque acide en bombe sous pression est utilisée.

6. Les concentrations en U et Th obtenus par fusion alcaline et ICP-MS sont systématiquement comparées aux résultats obtenus par attaque acide et dilution isotopique – MC-ICPMS (points 5 et 7). La concordance ou non aux erreurs analytiques près confirme la qualité des résultats obtenus ou permet de s'interroger, en particulier sur la dissolution par attaque acide (exemple ci-dessous).



Sédiments de rivière - vallée de la Gandak en Himalaya (Bosia et al. 2016, Geochim. Cosmochim. Ac.)

7. La mesure des rapports isotopiques par MC-ICPMS nécessite des standards de calibration pour la méthode du bracketing. Pour une application au rapport isotopique du Th ($^{232}Th/^{230}Th$), les standards disponibles ne sont pas forcément adaptés ou précisément connus. Un effort est actuellement mené au niveau local, national/international afin d'identifier le standard le plus adapté et le mieux calibré pour cette mesure.



Chaine de traitement et d'analyse géochimique des échantillons d'un profil de sol granitique
Bassin versant du Strengbach (Ackerer et al. 2016, Earth Planet. Sc. Lett.)