



Quantum RX

[www.quantum-rx.com](http://www.quantum-rx.com)

xplorex

NOTE D'APPLICATION DRX PORTABLE PLANET  
Identification de  $\text{MnCO}_3$



## Introduction

La diffraction des rayons X est une technique bien établie pour identifier la présence de composés polycristallins (également appelés «phases») dans les échantillons. Il n'est donc pas surprenant que la diffraction des rayons X soit également utilisée pour compléter les fichiers REACH pour l'enregistrement de substances.

Le **PLANET** est un diffractomètre de rayons X portable haute résolution spécialement conçu pour l'identification de phase.

Le **PLANET** utilise une géométrie de réflexion en para-focalisation, qui offre une résolution inégalée pour un DRX portable. Nous avons choisi la géométrie de réflexion afin que l'épaisseur de l'échantillon ne soit pas critique pour les matériaux fortement absorbants et les matrices plus légères.

## Expérimentation

Environ 1 g de la poudre telle que reçue a été mélangée avec environ 1 mg de cire de Hoechst et ensuite pressée dans le porte-échantillon (à chargement frontal). L'échantillon préparé a été monté dans le diffractomètre et mesuré. Les paramètres de mesure sont résumés dans le tableau 1.

Paramètres	Valeurs
<b>Plage</b>	
Angle début ( $^{\circ}2\theta$ )	20
Angle fin ( $^{\circ}2\theta$ )	90
Taille de pas	Variable; Le <b>PLANET</b> utilise des tailles de pas prédéfinies
<b>Temps d'intégration</b>	180s/point de donnée (la mesure comprend 14 fois 640 points)
<b>Temps Total de Mesure</b>	45 minutes
<b>Réglages Diffractomètre</b>	
Haute Tension	30 kV
Courant d'émission	0.65 mA
Anode du Tube	Cu
Taille Focale	40 $\mu$ m diamètre
Angle ( $^{\circ}$ )	8
Divergence Faisceau ( $^{\circ}$ )	1.25
<b>Dimensions Echantillon</b>	7mm diamètre; 2mm épaisseur
Fréquence Rotation	0.5 Hz
Optique	Seemann – Bohlin
Rayon Cercle Focale	160mm
<b>Détecteur</b>	Détecteur linéaire solide Dectris' Mythen 1D
<b>Logiciel d'Identification</b>	Match! de Crystal Impact
<b>Base de Données</b>	Crystallographic Open Database

Table 1 Paramètres de mesure pour l'échantillon  $MnCO_3$

Les réglages du diffractomètre sont constants pour le PLANET. L'opérateur peut choisir la plage de mesure et le temps d'intégration pour des résultats optimaux et une utilisation aisée.

## Résultats

La figure 1 montre le diagramme de diffraction enregistré ainsi que le résultat de l'identification de la phase. La rhodochrosite (nom minéral pour  $MnCO_3$ ) se classait cinquième dans la liste des candidats avec le même score que les quatre autres candidats. Ces quatre autres candidats pourraient être rejetés car leurs modèles de référence contenaient des lignes fortes à des positions où nous n'avons pas mesuré d'intensité au-dessus du bruit de fond. Le seul pic non identifié à  $42,6^\circ 2\theta$  provient du porte-échantillon (laiton).

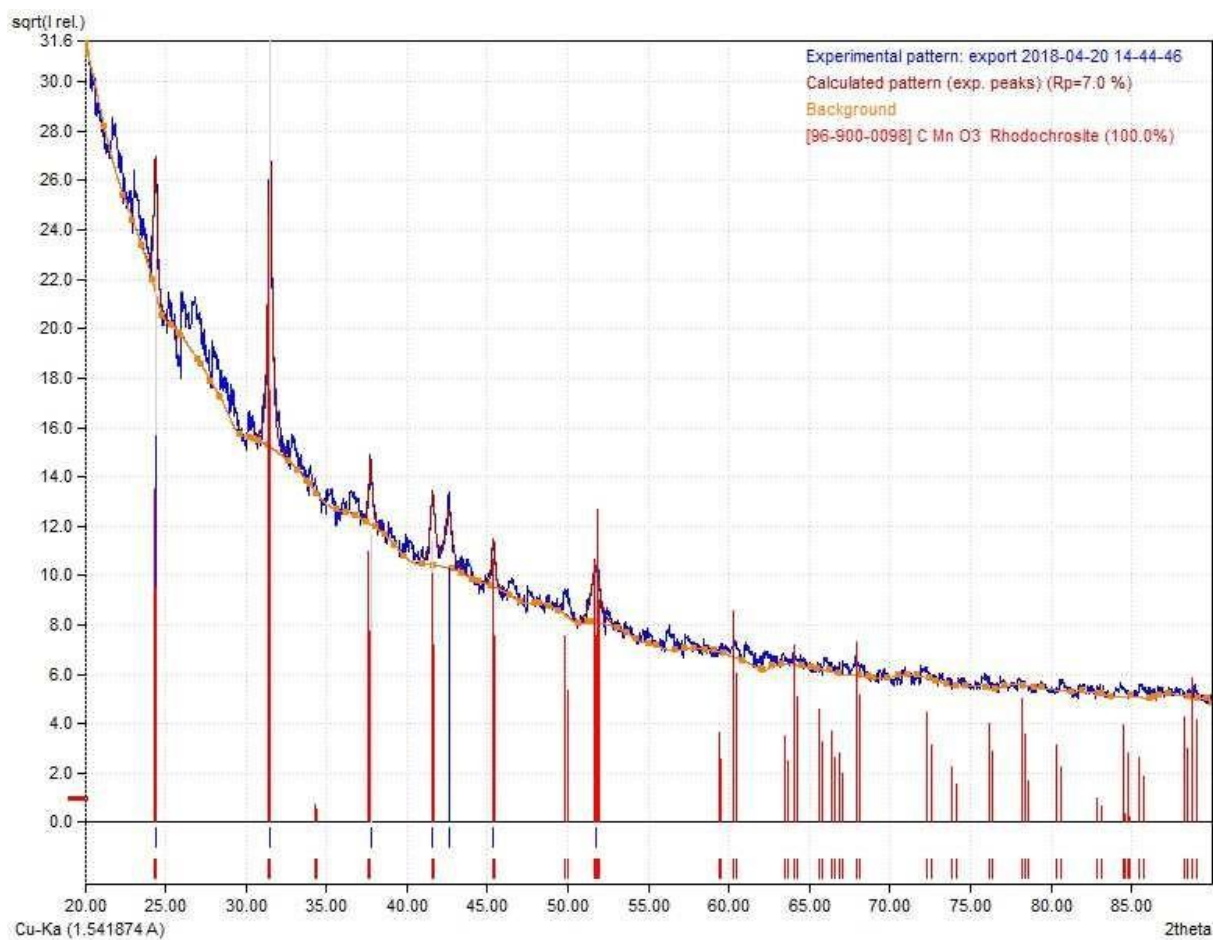


Figure 1 Diagramme de diffraction de l'échantillon de  $MnCO_3$ ; Les lignes rouges correspondent au diagramme de référence pour la rhodochrosite.

## Conclusion

La mesure de diffraction des rayons X que nous avons effectuée avec le PLANET identifie clairement le diagramme de diffraction de la rhodochrosite. Aucun autre composé n'a été détecté. Par conséquent, l'échantillon est constitué de  $MnCO_3$ , avec éventuellement d'autres composés en dessous de la limite de détection (d'environ 0,5 à 1% en poids).