



Association pour la *Diffusion* du *Savoir*

Scientifique en *Chimie Analytique*

Tél : 06 08 95 26 20

## **STAGE SPECTROMETRIE DE FLUORESCENCE X**

### **ANALYSE DES ECHANTILLONS EN COUCHE MINCE ET OPTIMISATION DES REGLAGES DU SPECTROMETRE**

#### **Préparation des échantillons en couche mince**

**Explication du « pourquoi faire une préparation en couche mince », dans quel but analytique**

#### **1/ La définition d'une couche mince en spectrométrie de fluorescence X**

- Influence de l'épaisseur d'échantillon en fluorescence X
- Introduction à la couche mince

#### **2/ les échantillons hétérogènes en grain**

- influence de sa composition minéralogique (effets minéralogiques)
- influence de la granulométrie initiale
- problème de la taille de la prise d'essai
- analyse en poudre au moyen d'une cellule à poudre
- conservation et gestion du risque contamination

#### **3/ les échantillons liquides peuvent être analysés en couche mince**

- homogénéité, propriétés chimiques (acide, base, solvant...) et risques pour le spectromètre – gestion du risque
- utilisation des cellules à liquides, diamètre, nature et influence des films, transmission et compatibilité chimique
- épaisseur et donc volume de liquide à mettre pour être infiniment épais
- passage en couche mince : procédés divers
- facteur d'amélioration entre liquide épais et passage en couche mince
- risques à gérer

#### **4/ Précautions de présentation dans le spectromètre**

- Problème de la transparence aux X excitateurs : notion de cache
- Matière et forme du cache
- Problème de géométrie de l'irradiation : surface vue par le spectromètre
- Problèmes et solutions pour la fabrication d'étalons

#### **5/ Précautions de préparation et de conservation**

- contamination et conservation dans le temps
- moyens pour prévenir les contaminations lors de la préparation et de l'analyse

#### **6/ Optimisation des réglages de la source X : notion indispensable pour atteindre la bonne sensibilité**

- Sources : tubes à rayons X : importance de la nature de l'anode
- L'anode étant choisie, optimisation des réglages de kV et de mA (utilisation privilégiée des excitateurs  
potentiels : raies K, raies L, Bremsthalung), en fonction des éléments à exciter

- Utilisation des filtres primaires : nature, épaisseurs et rôles dans l'analyse des traces
- Ambiance du spectromètre : air, vide, hélium, combinaison

#### 7/ Performances attendues

- Limites de détection et de quantification
- Influence du temps de mesure

#### Documents fournis

La totalité des planches utilisées lors de la formation est intégralement fournie sous forme papier ainsi que sous forme électronique en format PDF sur clef USB, accompagnée de document annexe comme tableau périodique spécial fluorescence X, tables de coefficients etc...

**Public :** Tout personnel du laboratoire d'analyse, technicien ou ingénieur

#### Compétences acquises à l'issue du stage

Ce stage est destiné à des opérateurs qui utilisent classiquement la technique de fluorescence X et qui souhaite approfondir ce champ particulier d'analyse que l'on appelle la méthode en couche mince. Il acquière aussi la compétence pour régler de façon optimale son spectromètre vis-à-vis de cette méthode particulière qui nécessite des réglages et accessoires spéciaux.

**Modalité de contrôle des connaissances :** A la fin de chaque session de formation, un contrôle des connaissances acquises est effectué par le biais d'une interrogation écrite sur toutes les notions et connaissances que le stagiaire est censé avoir acquis, permettant ainsi de contrôler le degré d'efficacité du stage. Ce contrôle des connaissances est effectué « à chaud » en clôture de la formation.

**Répartitions des enseignements :** Cours : 20 h      TD : 4 h (utilisation des logiciels WinProFX et Intégrale FX)      TP : 4h

#### Formation en INTER- ENTREPRISES

**LIEU :** 22 avenue Philippe AUGUSTE – 75011 Paris

**Dates et horaires :** 4 jours : **2 sessions par an en inter-entreprises, dans nos locaux, une en mars et l'autre en décembre, dates à définir chaque année**

**Responsable du stage**      **J.P. QUISEFIT, ex-prof. Université Paris DIDEROT**      mél : [jp\\_quisefit@yahoo.fr](mailto:jp_quisefit@yahoo.fr)  
Tél : 06 08 95 26 20

**Coût du stage :** 2 500.00 € TTC (TVA non applicable selon article 293B du CGI)

**POSSIBILITÉ** de formation en INTRA-ENTREPRISE, sur site et pour plusieurs stagiaires, période ouverte et date à convenir (Le formateur se déplace sur le site) - Coût à définir en fonction du lieu, de la durée et du nombre de stagiaires

**POSSIBILITÉ** de formation par visio-conférence - Coût à définir en fonction de la durée et du nombre de stagiaires