

STAGE SPECTROMÉTRIE DE FLUORESCENCE X –SFX-4
OPTIMISATION DES RÉGLAGES DE SPECTROMÈTRE ET PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS
EN FLUORESCENCE X

A/ Optimisation des réglages de la source X

- 1/ Sources : tubes à rayons X : importance de la nature de l'anode
- 2/ 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
- 3/ Utilisation des filtres primaires : nature, épaisseurs et rôles dans l'analyse des traces
- 4/ Ambiance du spectromètre : air, vide, hélium, combinaison

B/ Optimisations des parties spécifiques aux systèmes dispersifs en longueur d'onde

- 1/ dimension des ouvertures de cassettes d'analyse, masques associés
- 2/ Collimateur : conséquences analytiques du choix
- 3/ Choix du cristal : pouvoir réflecteur et pouvoir séparateur
- 3/ Choix du compteur : CPFS, CS, Scellé, tandem
- 4/ Réglage de la PHA ou largeur énergétique de la fenêtre d'intégration (élimination des harmoniques (n de la loi de BRAGG), et des raies de fluorescence du cristal
- 5/ Temps de comptages et conséquences analytiques

C/ Optimisations des parties spécifiques aux systèmes dispersifs en énergie

- 1/ Rôle du contrôle de gain
- 2/ Taux de saturation :
 - conséquence spectrales d'une puissance excitatrice trop forte
 - conséquences spectrales de la présence d'une émission très intense d'un élément majeur
- 3/ Définition d'un programme de mesure et d'un temps de mesure

D/ Préparation des échantillons

Explication du pourquoi faire une préparation, dans quel but analytique et pour résoudre quels problèmes

- 1/ les échantillons hétérogènes en grain (exemple des géologiques)
 - influence de sa composition minéralogique (effets minéralogiques)
 - influence de la granulométrie initiale
 - problème de la taille de la prise d'essai et techniques de broyage

- types de broyeur : avantages et inconvénients, problème de contamination
- analyse en poudre au moyen d'une cellule à poudre
- analyse sous forme de pastille : avec et sans liant, nature des liants, influence de la pression
- conservation et gestion du risque contamination

2/ les échantillons liquides

- homogénéité, propriétés chimiques (acide, base, solvant...) et risques pour le spectromètre
- utilisation des cellules à liquides, diamètre, nature et influence des films, transmission et compatibilité chimique
- épaisseur et donc volume de liquide à mettre
- temps d'analyse
- risques à gérer

3/ Préparation d'échantillon : fabrication des perles

- pourquoi et quand doit-on fabriquer des perles - importances des creusets, des coupelles, nature et entretien
- quel fondant utiliser et dans quelle proportion (utilité des différents taux de dilutions possibles)
- additifs utiles : fluidifiant, oxydants
- inconvénient à intégrer : perte au feu, perte de matière, parades possibles
- contamination et conservation dans le temps, récupération de perles usagées ou vieilles

4/ les échantillons métalliques

- état de surface
- problèmes d'évolution dans le temps

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...

Compétences acquises à l'issue du stage

Ce stage est destiné à des opérateurs utilisant depuis un certain temps la technique d'analyse mais sans en dominer les aspects fins du réglage optimum de l'instrument de mesure et d'autre part de la qualité de la préparation d'échantillon (intégrant tous les facteurs pouvant altérer la qualité analytique finale). A l'issue du stage ces deux aspects n'ont plus de secrets pour lui et il est en mesure soit d'analyser rétrospectivement les procédures qu'il utilise d'habitude et donc de les critiquer pour amélioration.

LIEU : 22 avenue Philippe AUGUSTE – 75011 Paris

Dates et horaires : 4 jours : **2 sessions par an, une en mars et l'autre en décembre, date à convenir**

Responsable du stage **J.P. QUISEFIT, ex-prof. Université Paris DIDEROT** mél : jp_quisefit@yahoo.fr
Tél : 06 08 95 26 20

Coût du stage : **2 450.00 € HT (TVA 20.0 %)**