

STAGE SPECTROMETRIE DE FLUORESCENCE X **ANALYSE DES ECHANTILLONS EN COUCHE MINCE ET OPTIMISATION DES** **REGLAGES DE 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...

Compétences acquises à l'issue du stage

Ce stage est destiné à des opérateurs qui utilisent classiquement le 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.

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

LIEU : 22 avenue Philippe AUGUSTE – 75011 Paris

Dates et horaires : à définir ensemble mais généralement deux sessions par an en mars et décembre

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 %)**