

Stage SFX2 - SPECTROMÉTRIE DE FLUORESCENCE X – niveau 2

Analyse quantitative, préparation d'échantillons et méthodes spéciales

a/ Objectifs

Former des personnels à un très haut niveau dans la connaissance de la technique d'analyse principalement axée sur l'analyse quantitative, ces nécessités et ses performances. Cette semaine de formation, d'une durée de 28 h aborde la totalité des concepts physiques exploités par la technique

c/ Publics

Ce module est accessible à des stagiaires ayant déjà les connaissances du niveau 1 à savoir les fondamentaux de la technique ainsi que l'approche appareillage. Il se focalise sur l'analyse quantitative incluant tout ce qui peut interférer comme la qualité de la préparation.

d/ Programme

La formation est basée sur le cours international construit par le professeur **WILLIS** d'Afrique du Sud.

Le cours utilise des supports partiellement en anglais, permettant ainsi d'habituer les stagiaires au langage et vocabulaire technique anglophone couramment utilisé – par contre la formation est en français.

- Rappels sur la constitution d'un spectromètre et de ses options de réglage.
- Introduction au réglage instrumental : choix des positions de comptage et détermination des intensités de bruit de fond : Choix des paramètres instrumentaux et positions angulaires
- Sélection de l'anode, du cristal analyseur, du détecteur, des raies analytiques, épaisseur infinie - études de cas. Calcul des intensités de bruit de fond sous le pic analytique
- Introduction à l'analyse quantitative : procédures de correction pour les interférences spectrales et la fluorescence du cristal.
- Introduction à l'analyse quantitative :
 - Identification et importance des effets d'absorption et de renforcement
 - Effets de présentation des échantillons : épaisseur infinie, granulométrie, effets chimiques (exemple du soufre)
- Introduction aux coefficients d'influence : équation de base : intensité vs concentration - que sont les coefficients d'influence et les termes de correction - facteurs à prendre en compte dans une équation de correction des effets inter-éléments - les différents algorithmes : LACHANCE, CLAISSE QUINTIN, COLA, ROUSSEAU, paramètres fondamentaux PF
- Le concept de correction de l'absorption
- Le concept de coefficient d'influence de l'absorption

- Le concept de coefficients d'influence de renforcement
 - Techniques de correction mathématiques : cas de l'excitation polychromatique
 - Méthode des paramètres fondamentaux
 - Le concept de coefficient α_{ij} dans les différents algorithmes - les coefficients empiriques - l'approche empirique
 - les différentes méthodes de corrections alpha et leurs champs d'application
- De nombreux exemples de calculs de coefficients sont effectués en salle de cours avec les outils informatiques de formation
- Verres fondus au borate : pourquoi, comment – influence et choix des fondant en fonction de l'indice d'acidité
 - Méthode de dosage des éléments en trace, erreur de comptage et limite de détection. - Méthode d'addition
 - Méthode de dilution - Méthode du standard externe
 - Limite de détection et erreur statistique
 - Standard et matériaux standard de référence - Natural standards - standards artificiels - SMRS - comment se procurer des matériaux de référence - comment les valeurs de référence sont déterminées - Tests de qualité diverses

Introduction à la nécessité de vitrifier l'échantillon - les différents flux de vitrification - avantages et limites de la fusion - Echantillonnage et préparation de spécimen d'origine géologique - erreurs d'échantillonnage - broyage, concassage et pastillage et effet de la pression) - Techniques spéciales de préparation - liquides - couches minces – contamination

– TD sur logiciel de fluorescence X de STEINER - QUISEFIT « WinproFX 5.3™ »

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.

Compétences acquises à l'issue du stage

Ce stage est destiné à des opérateurs confirmés ou à des ingénieurs débutant sur la technique d'analyse par spectrométrie de fluorescence X. A l'issue du stage l'opérateur est en mesure de comprendre tous les paramètres qui définissent une application analytique, incluant les dernières méthodologies mise sur le marché par les fabricants d'instruments. Il domine aussi la préparation des échantillons et les différents facteurs pouvant influencer la qualité de ses analyses. Enfin il est en mesure de créer ses propres applications pour satisfaire à de nouvelles demandes d'analyse quantitative.

Répartitions des enseignements : sur 4 jours : Cours : 20 h TD : 4 h et travaux pratiques numériques : 4h

Dates : à définir en 2024 – contacter le responsable du stage

Coût du stage : 2700.00 € (TVA non applicable selon article 293B du CGI) par stagiaire pour stage inter-entreprises ou par vision conférence

Possibilité de stage intra-entreprise – coût dépendant du nombre de stagiaires et des frais de déplacement du formateur