Chapitre VI. La spectrométrie de fluorescence X

VI.1-Introduction

La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire globale permettant d'identifier et de déterminer la plupart des éléments chimiques qui composent un échantillon. Cette technique peut être utilisée pour des matériaux très variés : minéraux, céramiques, ciments, métaux, huiles, eau, verres... sous forme solide ou liquide. Elle permet l'analyse de tous les éléments chimiques du Béryllium (Be) à l'Uranium (U) dans des gammes de concentration allant de quelques ppm à 100%, avec des résultats précis et surtout reproductibles.

VI.2-Principe

L'échantillon à analyser est placé sous un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces rayons X, les atomes constituant l'échantillon passent de leur état fondamental à un état excité. L'état excité est instable, les atomes tendent alors à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, sous forme de photons X notamment. Chaque atome, ayant une configuration électronique propre, va émettre des photons d'énergie et de longueur d'onde propres. Lorsque l'on bombarde de la matière avec des rayons X, la matière réémet de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X ; c'est la fluorescence X, ou émission secondaire de rayons X.

Le spectre des rayons X émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon, en analysant ce spectre, on peut en déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques en éléments.

L'analyse du spectre peut se faire de deux manières :

1. par analyse dispersive en longueur d'onde
2. par analyse dispersive en énergie

Le spectre de fluorescence X présente l'intensité recueillie par le détecteur en fonction de l'énergie émise par l'échantillon. Il est constitué de pics caractéristiques qui correspondent chacun à une transition électronique d'un atome constituant l'échantillon et d'un fond continu. Les différents éléments sont aisément identifiés à partir de la position des pics.

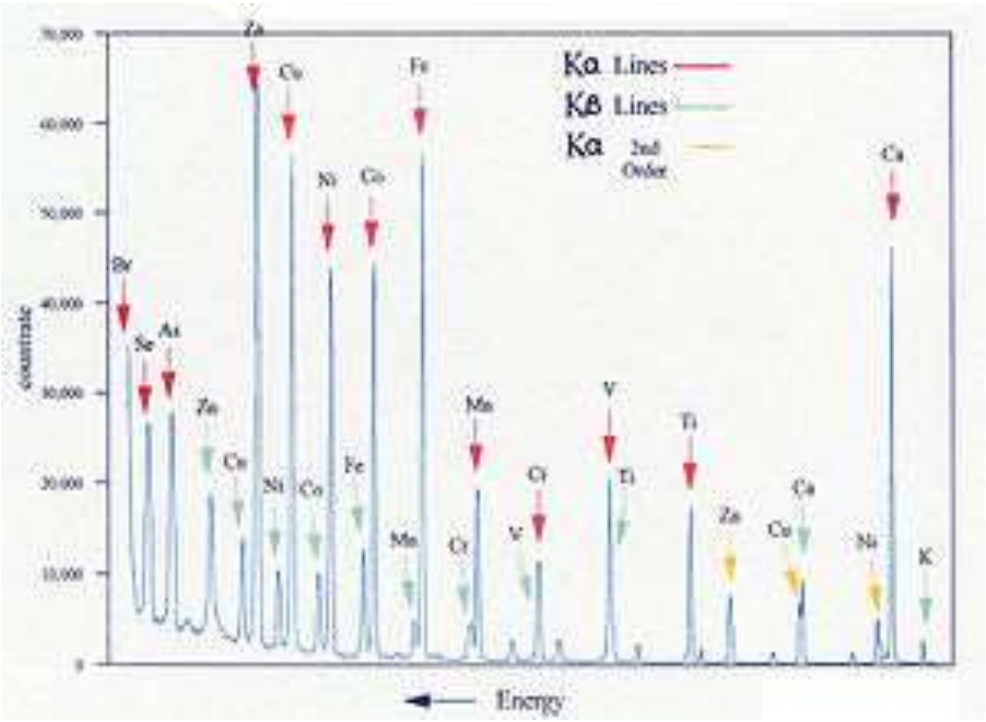

Fig.VI : Le spectre de fluorescence X

VI.3- Fluorescence X

En spectrométrie de fluorescence X, les sources de rayonnements X habituellement utilisées sont les tubes à rayons X ou les sources radioactives (surtout pour les appareils portables mais qui tendent à disparaitre avec le développement des mini-tubes). Du fait de leur énergie importante, les photons X émis par un tube ont la capacité d'arracher des électrons situés sur les couches proches du noyau des atomes. L'atome alors ionisé va tendre à revenir à l'état d'équilibre : un électron d'une couche plus externe va venir combler la lacune laissée par l'électron qui a été éjecté. Cette transition électronique s'accompagne d'une libération d'énergie sous forme d'un photon X d'énergie caractéristique de l'atome. C'est le phénomène de fluorescence X. Plusieurs transitions électroniques sont possibles, un atome pouvant émettre plusieurs types de photons X. Pour les nommer on utilise la notation de Siegbahn, on parle de raies Kα, Kβ, Lα, Lβ,… Pour l'analyse du rayonnement de fluorescence X émis par l'échantillon, il existe deux grands types d'appareillage : les spectromètres à dispersion en longueur d'onde et les spectromètres à dispersion en énergie.

VI.4-Instrumentation

Pour faire apparaître la fluorescence X de l'échantillon étudié, il faut une source de photons ou de particules d'énergies suffisantes. Généralement il s'agit de rayons X produits par des générateurs dont la puissance est variable ou pour quelques appareils portables de sources radio-isotopiques.

VI.5- Les applications de la spectrométrie FX

On applique cette méthode dans des domaines très divers comme :

La médecine, la biologie, l'industrie du pétrole et du charbon, l'industrie du ciment et l'analyse des roches. On l'utilise dans la production de l'acier et pour l'analyse des métaux lourds.

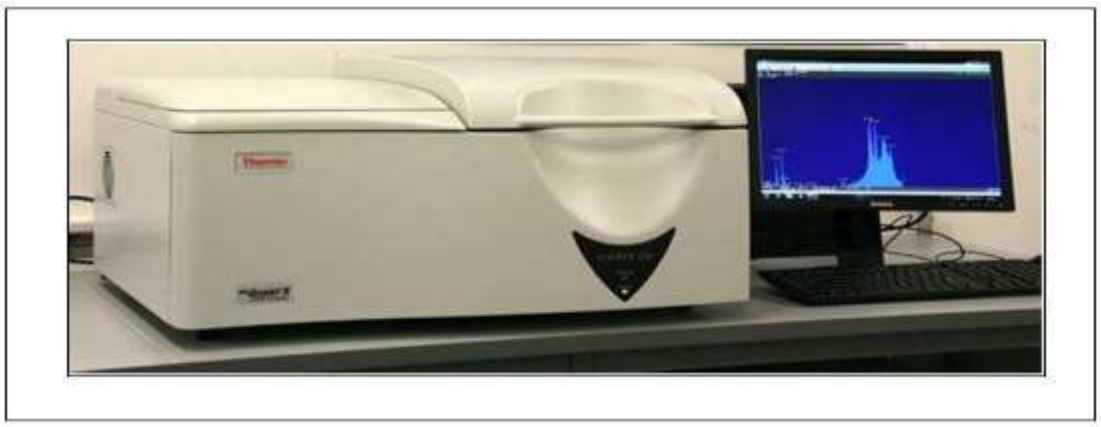

Fig.VI.2 : Schéma de l'appareil de la spectrométrie FX

VI.6-Avantages du spectromètre de fluorescence X

Le spectromètre permet de pratiquer une caractérisation sans étalonnage de multiples échantillons métalliques ou non-métalliques.

L'analyse par fluorescence X est non destructive. Hormis le prélèvement d'un morceau de pièce apte à l'analyse, l'échantillon peut être réutilisé sans nouvelle préparation. La durée de vie des étalons est intéressante en termes d'économie. La stabilité et la reproductibilité dans le temps n'impose pas une correction de dérive systématique, notamment sur les fortes teneurs ; Il est possible d'analyser aussi bien des matériaux sous formes massives que pulvérulents et l'appareil est équipé d'un passeur d'échantillons à 60 positions.