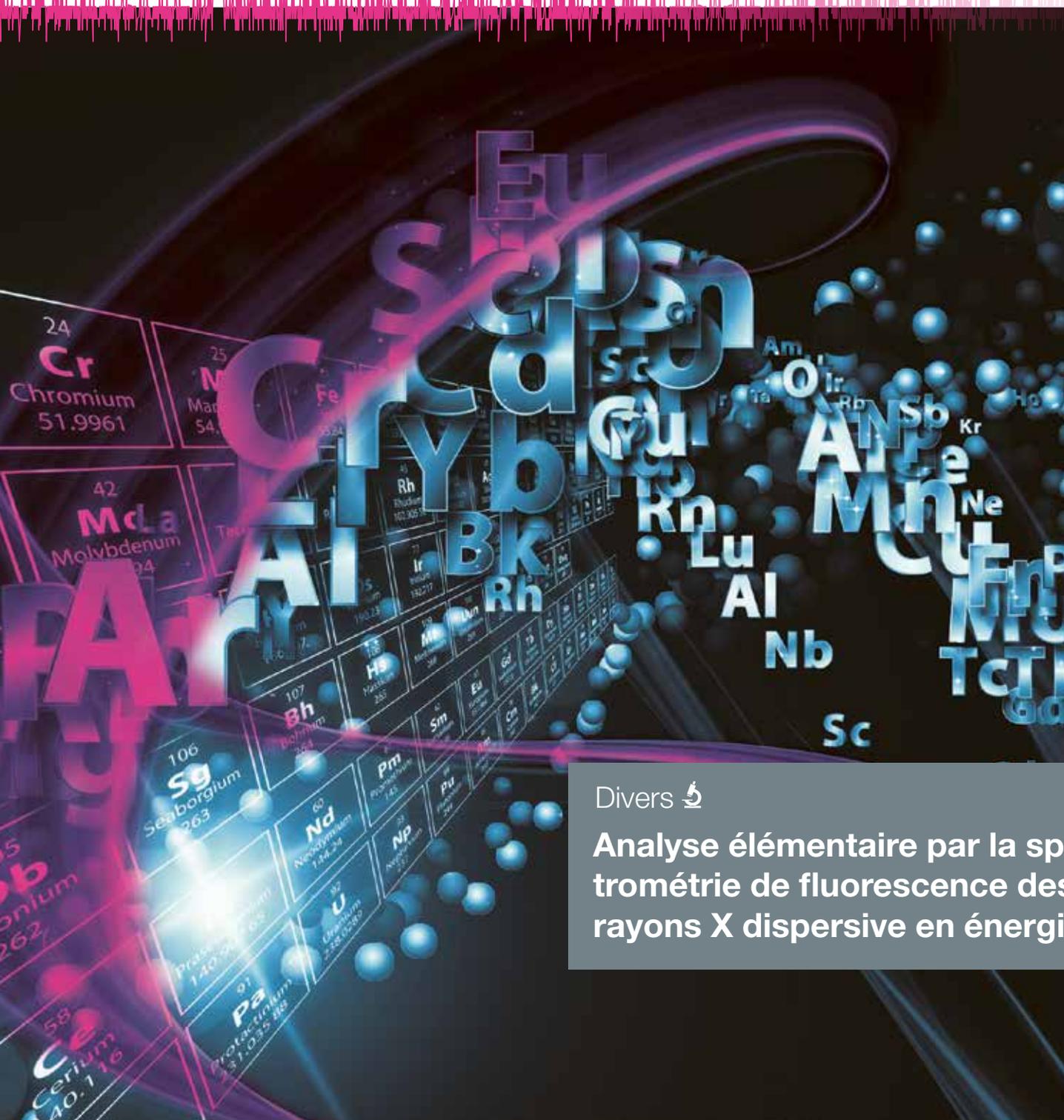


INTERLABOR
BELP AG

ANALYTICS

N° 1
Mai 2019



Divers 

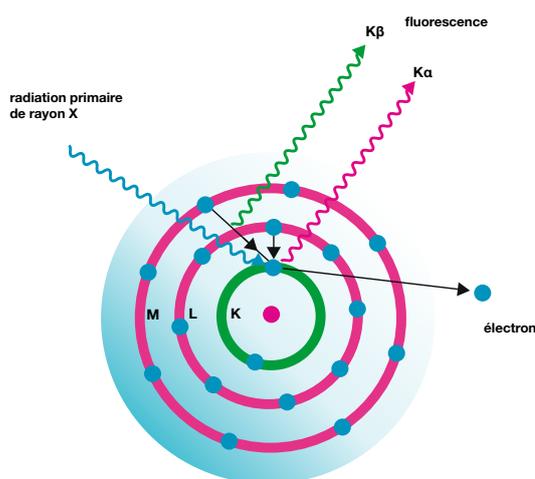
Analyse élémentaire par la spectrométrie de fluorescence des rayons X dispersive en énergie

Analyse élémentaire par la spectrométrie de fluorescence des rayons X dispersive en énergie

Auteur: Andreas Fankhauser

Bien des séries criminelles populaires laissent à penser aux spectateurs qu'un laboratoire analytique peut générer des résultats exacts, aussi bien du point de vue qualitatif que quantitatif, en quelques secondes, et ceci, sans que l'échantillon (ou autrement dit, la pièce à conviction) n'en soit endommagé. La réalité est toute autre dans un laboratoire, et il est souvent nécessaire, pour résoudre des problèmes analytiques complexes, d'appliquer des procédures de traitement des échantillons qui prennent du temps et qui peuvent être destructrices. Une exception: l'analyse élémentaire par la spectrométrie de fluorescence des rayons X dispersive en énergie (ED-XRF, pour energy dispersive X-ray fluorescence spectrometry). Comme dans un épisode de série criminelle, cette procédure spectroscopique permet d'obtenir très rapidement un résultat qualitatif quant à la composition élémentaire d'un matériau.

1 Principe de fonctionnement de l'effet photoélectrique et de l'ED-XRF



La fluorescence des rayons X dispersive en énergie est basée sur un effet photoélectrique. Le matériau de l'échantillon est excité par des rayons X de longueur d'onde courte, à forte énergie. Cette forte énergie permet aussi d'éjecter des électrons de la couche interne des atomes de l'échan-

tillon. Les places alors laissées vacantes sont immédiatement occupées par d'autres électrons des couches supérieures, tandis que l'énergie libérée par ce processus de désexcitation est émise sous forme de rayonnement fluorescent (voir 1). La différence d'énergie entre les électrons de différentes couches du noyau dépend du numéro atomique de l'atome. Ainsi, le signal de fluorescence détecté est caractéristique de l'élément concerné¹.

Applications

La description du domaine d'application permet d'établir des parallèles avec le rôle de la spectroscopie par infrarouges en analyse structurale organique. L'ED-XRF est également un procédé d'analyse rapide et relativement peu coûteux. Dans ce cas toutefois, au lieu des groupes organiques fonctionnels, il s'agit d'identifier les éléments principaux d'un échantillon, cette base permettant d'obtenir des premiers renseignements sur son identité. Dans cette optique, l'ED-XRF est également un complément crucial de la technique ICP-MS qui, en raison de sa plus grande sensibilité, est prédestiné pour l'analyse de traces jusqu'au niveau du ppt, et donc pas prévue pour les analyses non-destructives. Les éléments-clés des deux procédures sont résumés dans le **Tableau 1**.

Rapide et sans dommages sur les échantillons, le procédé d'analyse ED-XRF est déjà appliqué régulièrement dans toutes sortes de domaines industriels. Dans cette optique, Interlabor Belp AG se concentre sur la résolution de problèmes et sur des projets spéciaux du secteur pharmaceutique.

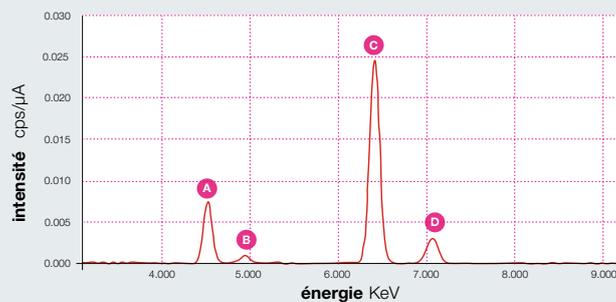
Une application intéressante de l'ED-XRF consiste à déterminer la composition qualitative des comprimés. Les excipients inorganiques qui sont fréquemment utilisés lors de la fabrication de comprimés en particulier, comme le dioxyde de titane, l'oxyde de zinc ou le magnésium dans le stéarate de magnésium, peuvent être décelés sans problèmes. Il est ainsi possible grâce à l'ED-XRF, dans le cadre d'études de bioéquivalence, de démontrer en partie que les génériques ont la même composition que les préparations originales (voir 2). Les données de mesure correspondantes peuvent être utilisées pour supporter l'autorisation ou bien pour des études de biodisponibilité. Les miné-

Tableau 1

Éléments-clés	ED-XRF	ICP-MS
Types d'échantillons mesurables	<ul style="list-style-type: none"> • Poudres • Métaux • Solutions aqueuses • Solutions organiques • Objets entiers 	Solutions aqueuses seulement sans matrice organique Tous les autres échantillons peuvent par exemple être minéralisés par digestion acide
Plage de mesure	Limite supérieure: 100% Limite inférieure: env. 10 ppm	Limite supérieure: env. 10 ppm (dans la solution de mesure après dilution d'échantillon jusqu'à 100 %) Limite inférieure: env. 10 ppt
Analyse qualitative	possible	possible
Analyse quantitative	possible lorsque des standards de matrice identique sont disponibles	possible
Limitations	Les éléments légers ne sont pas quantifiables (hydrogène à néon)	Les interférences sont plus importantes pour certains éléments (soufre, silicium, calcium, potassium, fer, vanadium)

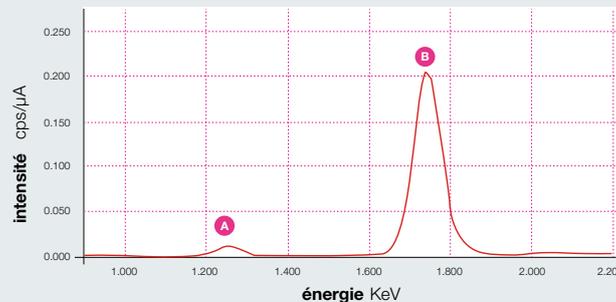
2 ED-XRF de la coque du comprimé

- A** Titane K-α Ligne
- B** Titane K-β1 Ligne
- C** Fer K-α Ligne
- D** Fer K-β1 Ligne



2 ED-XRF de la coque du comprimé

- A** Magnésium K-α Ligne
- B** Silicium K-α Ligne



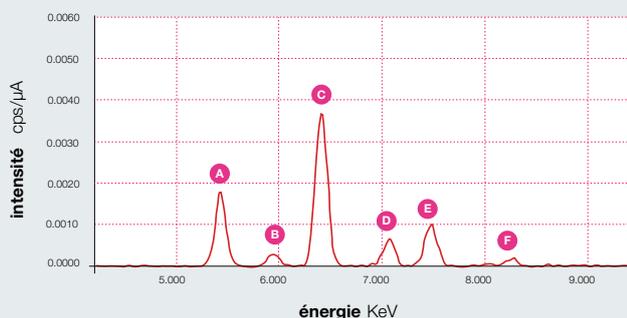
raux inorganiques déjà évoqués, le dioxyde de titane et l'oxyde de zinc, sont des composants fréquents dans les crèmes de jour et crèmes solaires, en raison de leur effet comme filtres anti-UV. Les procédés classiques pour la détermination de la teneur en oxyde de zinc du produit fini se basent majoritairement sur un titrage complexométrique. Dans un tel contexte, l'ED-XRF se présente comme une alternative analytique plus rapide et moins coûteuse.

Dans le secteur des matériaux de construction, la détermination exacte de la composition des matériaux utilisés ainsi que l'identification des éventuelles impuretés représentent une composante essentielle du contrôle des processus et de la qualité². Étant donné que les matériaux sont presque toujours sous forme de solides inorganiques, ils sont prédestinés à l'analyse sans destruction par ED-XRF. Ainsi,

dans le cadre d'une résolution de problèmes, il était possible de désigner clairement le sulfate de sodium comme origine d'une efflorescence du béton. La méthode d'analyse alternative, l'identification par réactions de précipitation chimique par voie humide, demande nettement plus d'efforts, et ne permet de surcroît aucun résultat quantitatif. De plus, en cas de réactions de précipitation, en raison des effets de matrice, il n'est pas possible de procéder à une interprétation claire des résultats pour tous les échantillons.

3 ED-XRF Analyse d'échantillon de forage provenant de l'intérieur du four.

- A Chrome K- α Ligne
- B Chrome K- β 1 Ligne
- C Fer K- α Ligne
- D Fer K- β 1 Ligne
- E Nickel K- α Ligne
- F Nickel K- β 1 Ligne



Un autre projet spécial portait sur l'analyse du forage dans le secteur des pièces mécaniques haute technologie. La composition de l'acier et d'autres alliages ferreux pouvant être déterminée grâce à l'ED-XRF sans préparation de l'échantillon, un échantillon prélevé par perçage à l'intérieur de la forge a été analysé directement, et les éléments principaux identifiés (voir 3).

Resume

Procédé d'analyse rapide et sans destruction permettant la détermination qualitative et quantitative de presque tous les éléments présents dans le secteur industriel, la spectrométrie de fluorescence des rayons X dispersive en énergie est universellement applicable, de la détermination des filtres UV et des compositions de comprimés, jusqu'au contrôle des matériaux et à la résolution de problèmes dans le secteur de la métallurgie et des matériaux de construction. □

Bibliographie

1. Shackley, M. Steven. „X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF).“ *The Encyclopedia of Archaeological Sciences* (2011): 1-5.
2. Giurlani, Walter, Massimo Innocenti, and Alessandro Lavacchi. „X-ray microanalysis of precious metal thin films: Thickness and composition determination.“ *Coatings* 8.2 (2018): 84.

Auteur



Andreas Fankhauser
Responsable du service analyse élémentaire

INTERLABOR BELP AG



Interlabor Belp AG

Aemmenmattstrasse 16
3123 Belp, Suisse
Tél. +41 (0)31 818 77 77
Fax +41 (0)31 818 77 78
www.interlabor.ch
info@interlabor.ch

Heures d'ouverture

Du lundi au vendredi
07.30 – 12.00 heures
13.30 – 17.00 heures