



**HAL**  
open science

# Analyse du silicium dans des matrices solides complexes par ICP-OES

Yusif Narmanov, S. Baghdadi, C. Guevar, C-P. Lienemann

► **To cite this version:**

Yusif Narmanov, S. Baghdadi, C. Guevar, C-P. Lienemann. Analyse du silicium dans des matrices solides complexes par ICP-OES. SPECTRATOM 2024, Jun 2024, Pau, France. . hal-04626957

**HAL Id: hal-04626957**

**<https://hal.science/hal-04626957>**

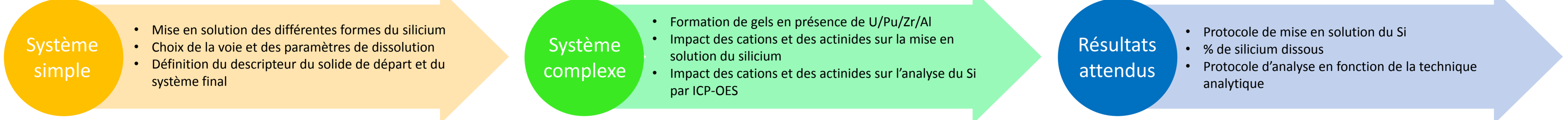
Submitted on 27 Jun 2024

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

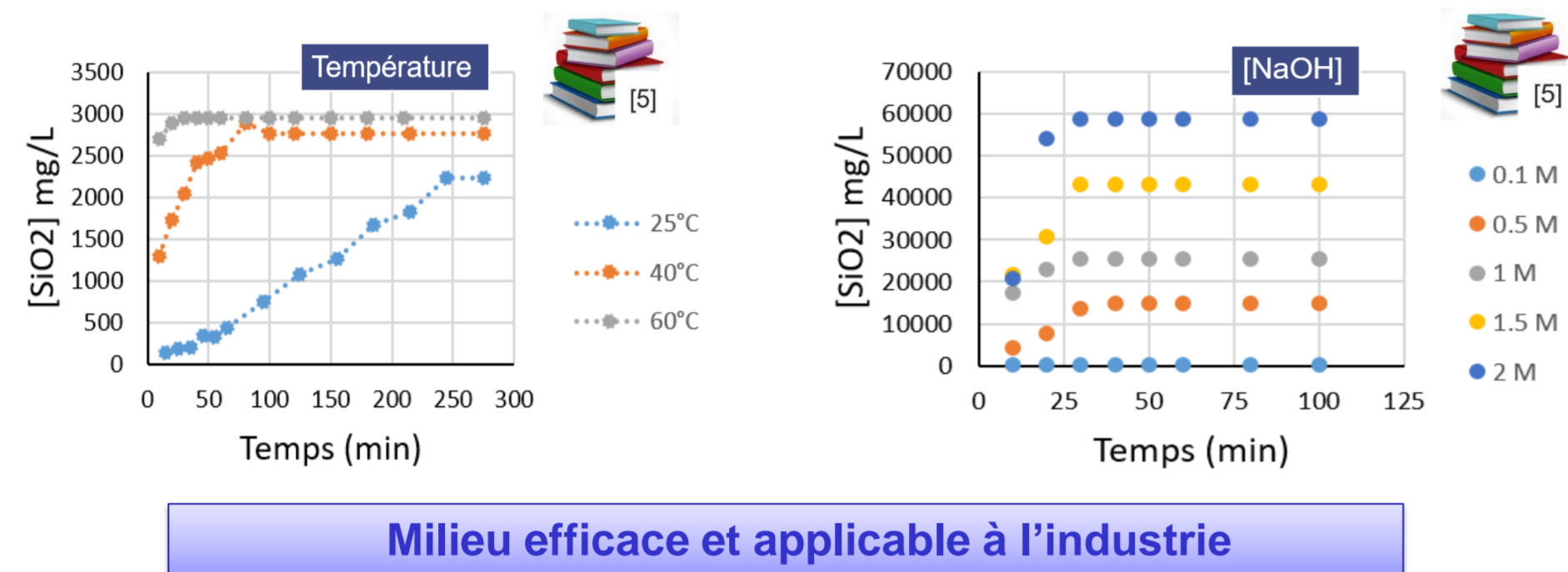
## Introduction

L'analyse d'échantillons complexes à base de silicium sous différentes formes est récurrente dans le domaine du nucléaire mais aussi des catalyseurs et semi-conducteurs. L'une des techniques pour analyser le Si est l'ICP-OES. Or, l'analyse par ICP nécessite de maîtriser l'étape préalable de mise en solution de l'échantillon. Dans le cas des solides silicés, celle-ci peut conduire à une perte du Si à doser par précipitation ou volatilisation et donc à un dosage incomplet de l'élément d'intérêt. L'objectif de la thèse est de comprendre les paramètres qui influencent la formation/dissolution de ces espèces silicées et les difficultés de dissolution en présence d'autres cations (U, Pu, Zr, Al, B...) pour une mesure du silicium quantitative avec une incertitude maîtrisée (par ICP-OES et couplage ETV-ICP-OES).



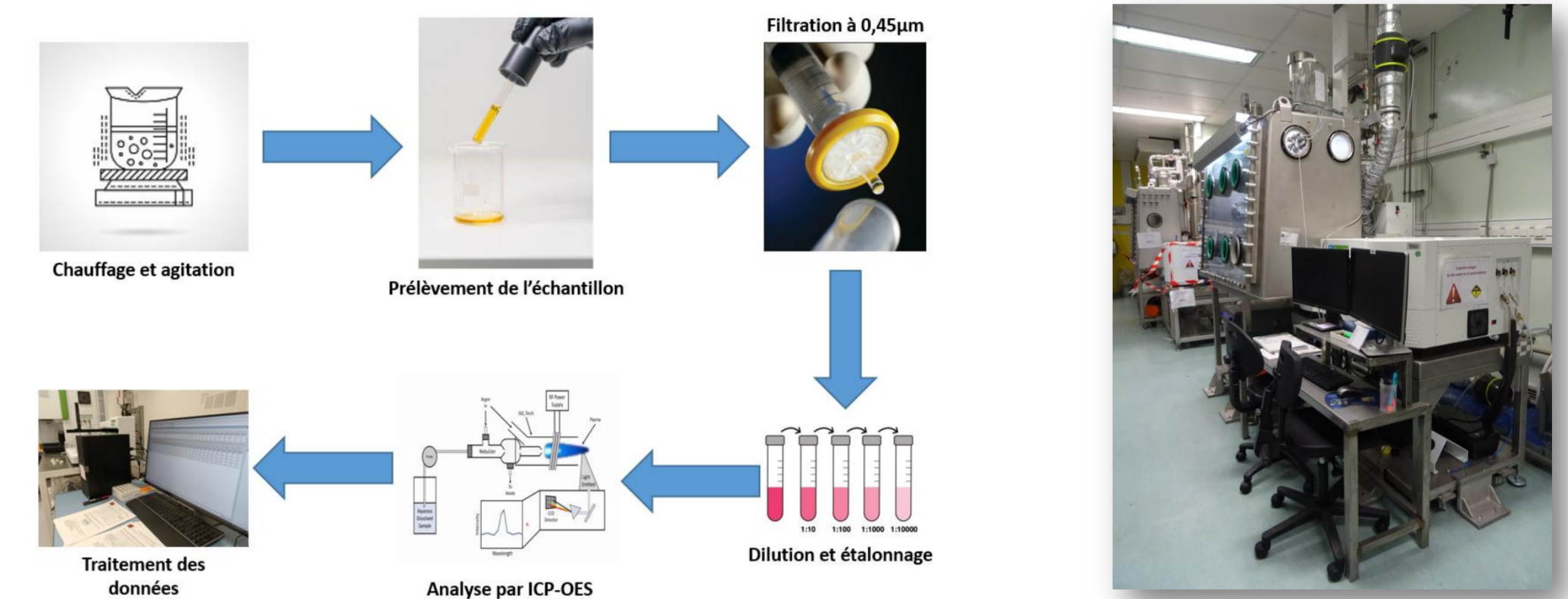
## Etat de l'art sur la mise en solution

### La mise en solution en milieu NaOH



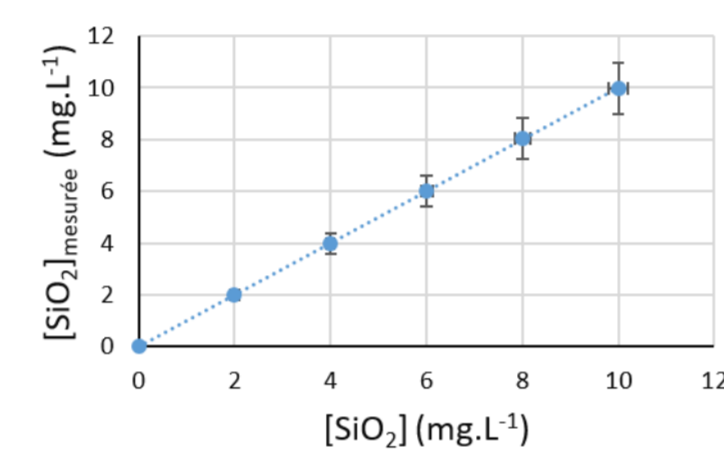
## Matériels et Méthodes

Avantages ICP-OES : - Adapté à la mesure du Si - Système existant en boîte à gants



## Validation de la méthode d'analyse en présence de [Na<sup>+</sup>] par ICP-OES

- Matrix-matching** : reconstitution de la matrice de l'échantillon dans l'étalonnage
- Utilisation d'un **standard interne** : Ge
- Longueurs d'ondes :
  - Si – 212,4 ; 221,7 ; 251,6 ; 288,2 nm
  - Ge – 265,2 nm

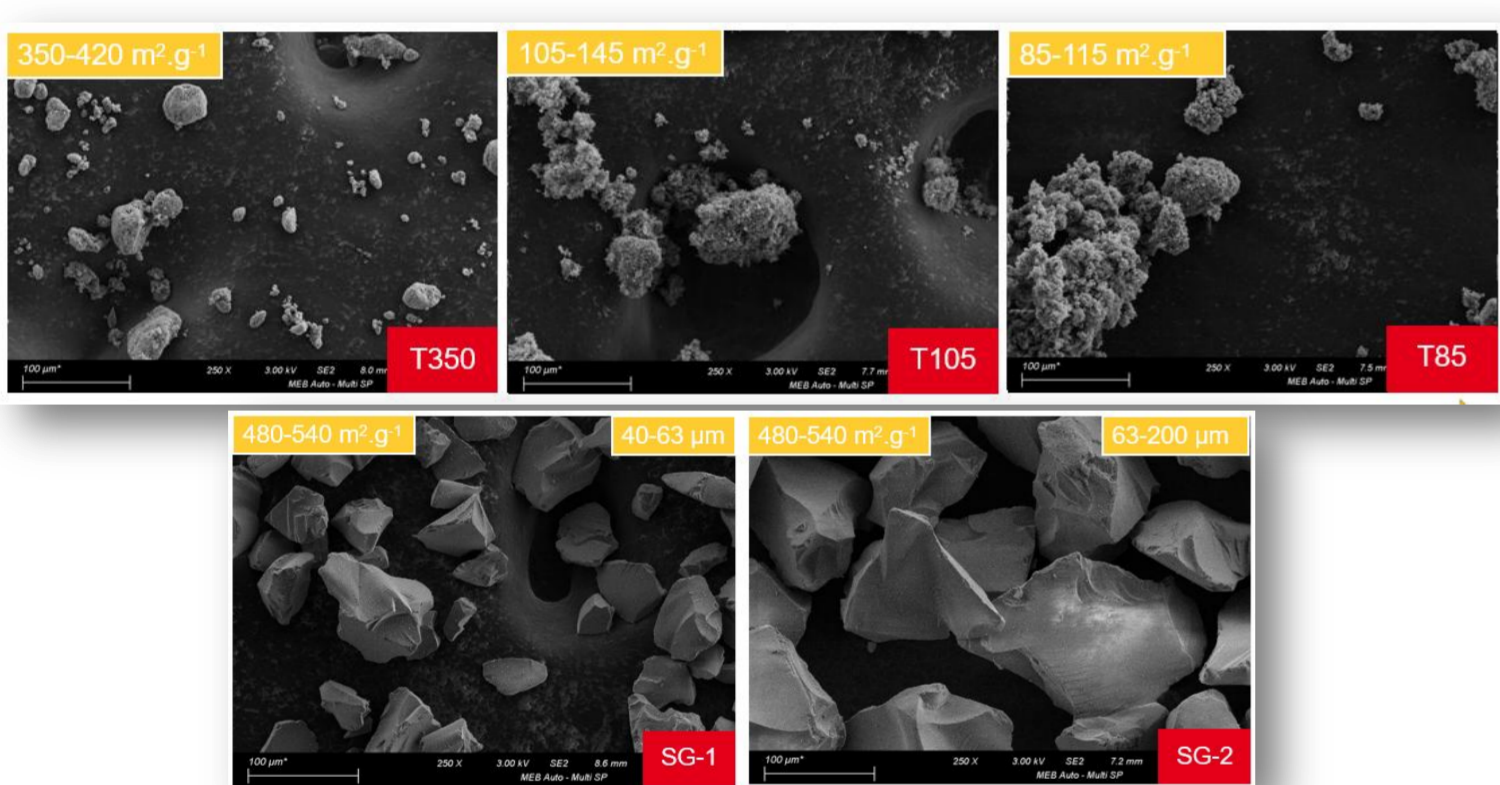


Etalonnage en présence de Na et de l'étalon interne (Ge)			
	[Si] <sub>initiale</sub> (mmol.L <sup>-1</sup> )	[Si] <sub>mesurée</sub> (mmol.L <sup>-1</sup> )	Taux de recouvrement (%)
QC1 : EI (Ge)	0,710 ± 0,071	0,690 ± 0,069	95
QC 2 : EI (Ge)	1,10 ± 0,11	0,960 ± 0,096	91
QC 3 : matrix-matching + EI (Ge)	0,710 ± 0,071	0,730 ± 0,073	100
QC 4 : matrix-matching + EI (Ge)	1,10 ± 0,11	1,10 ± 0,11	99

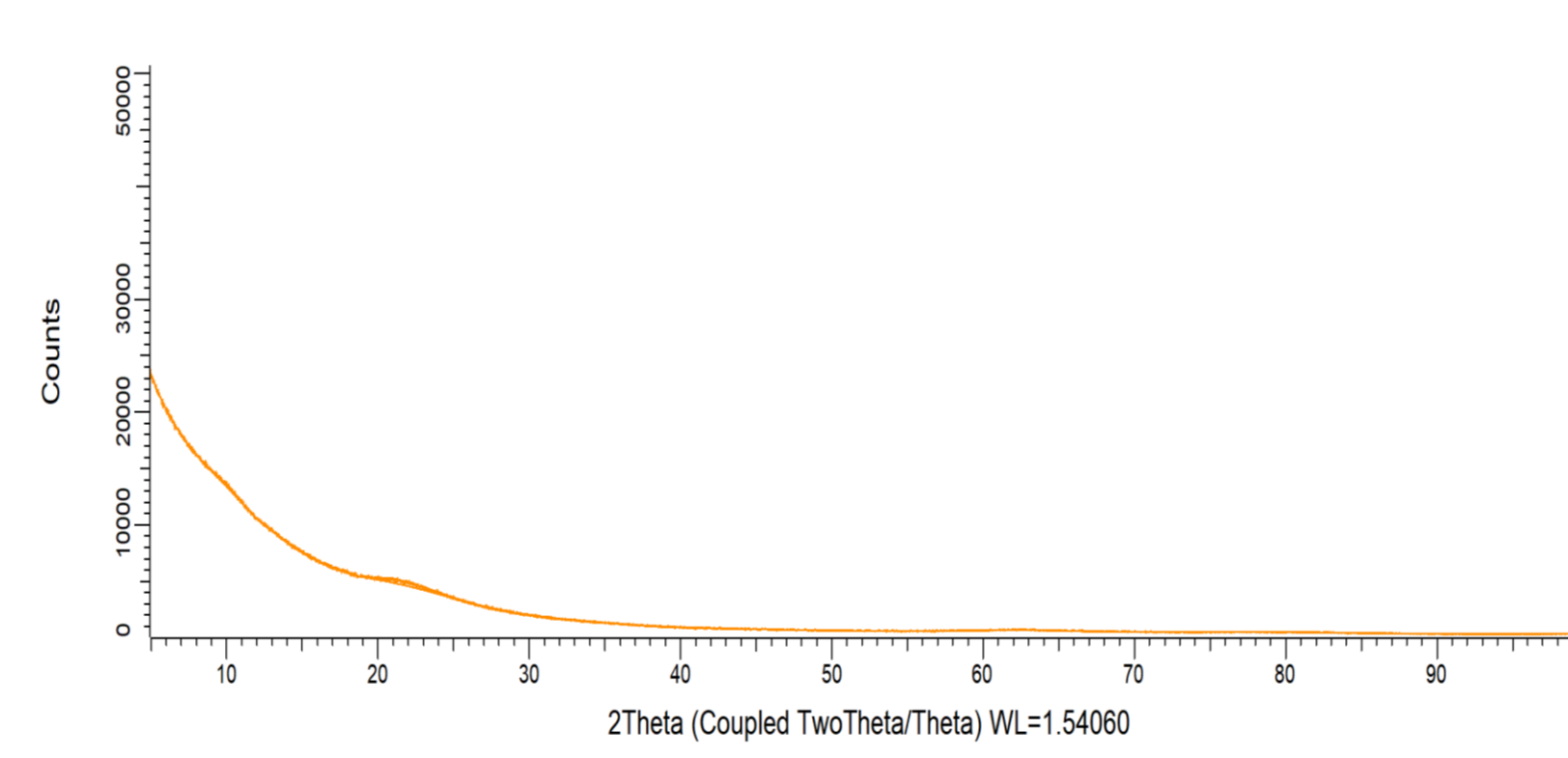
Utilisation des deux méthodes simultanément pour diminuer le biais de mesure

## Silices utilisées pour le 'système simple'

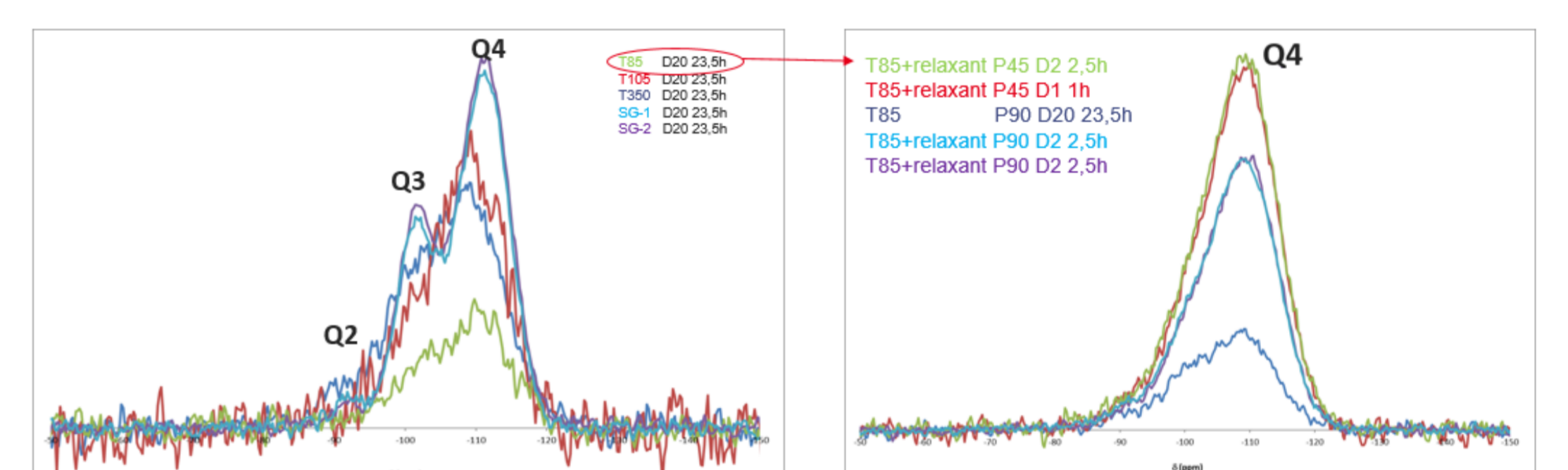
### MEB



### DRX



### RMN solide

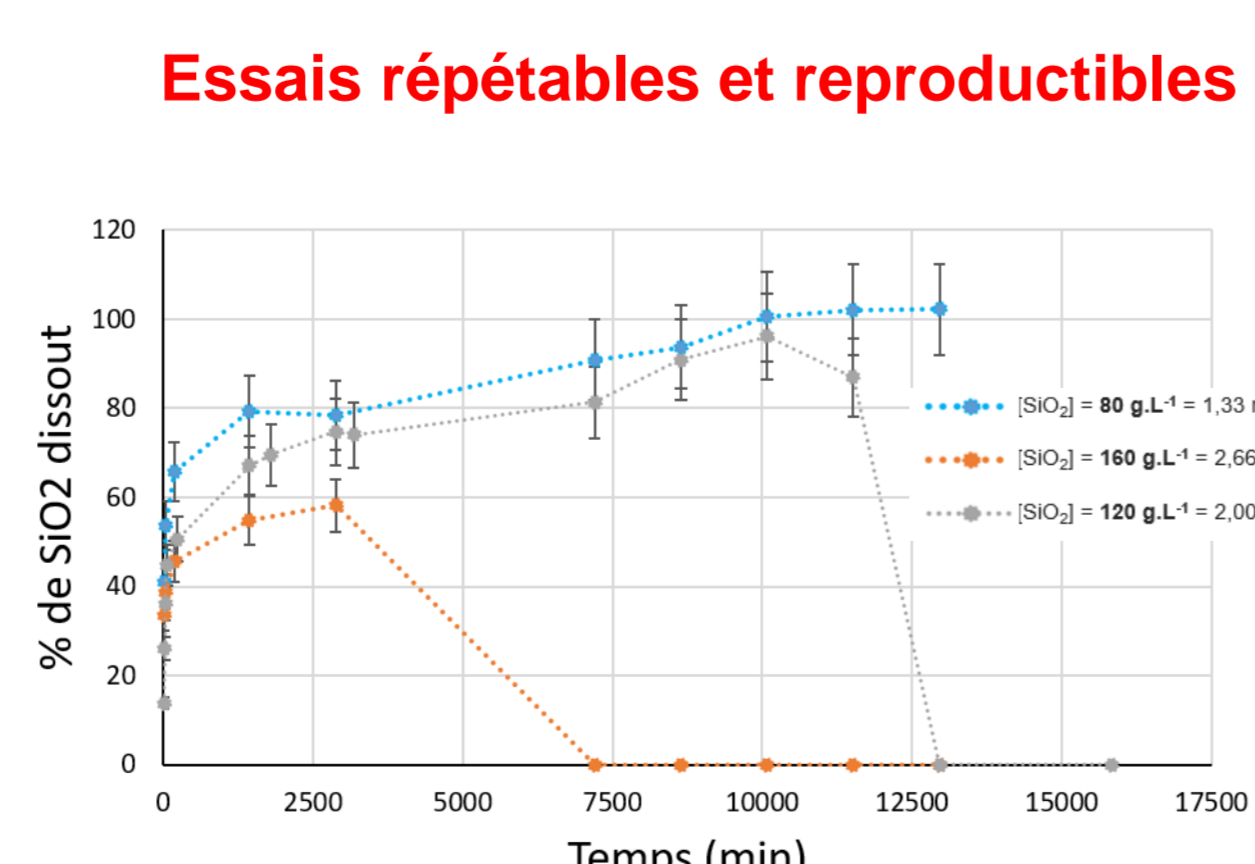
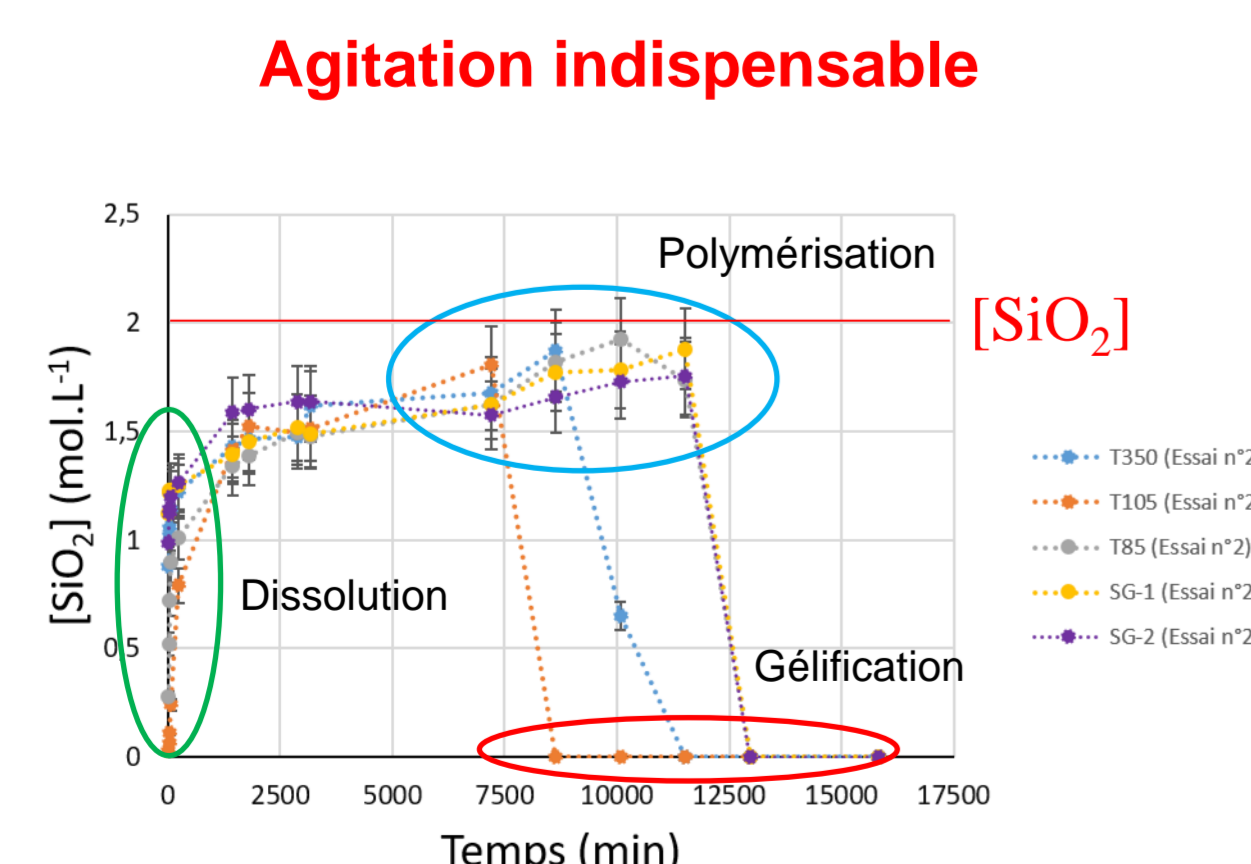
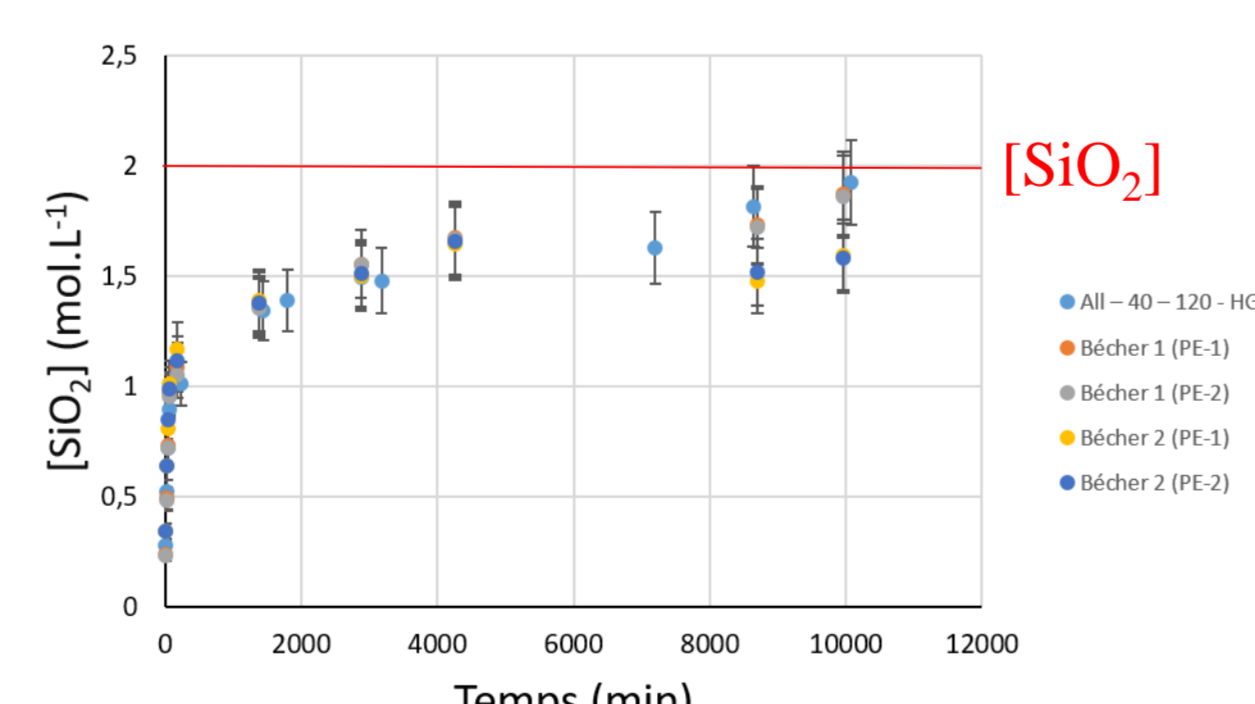
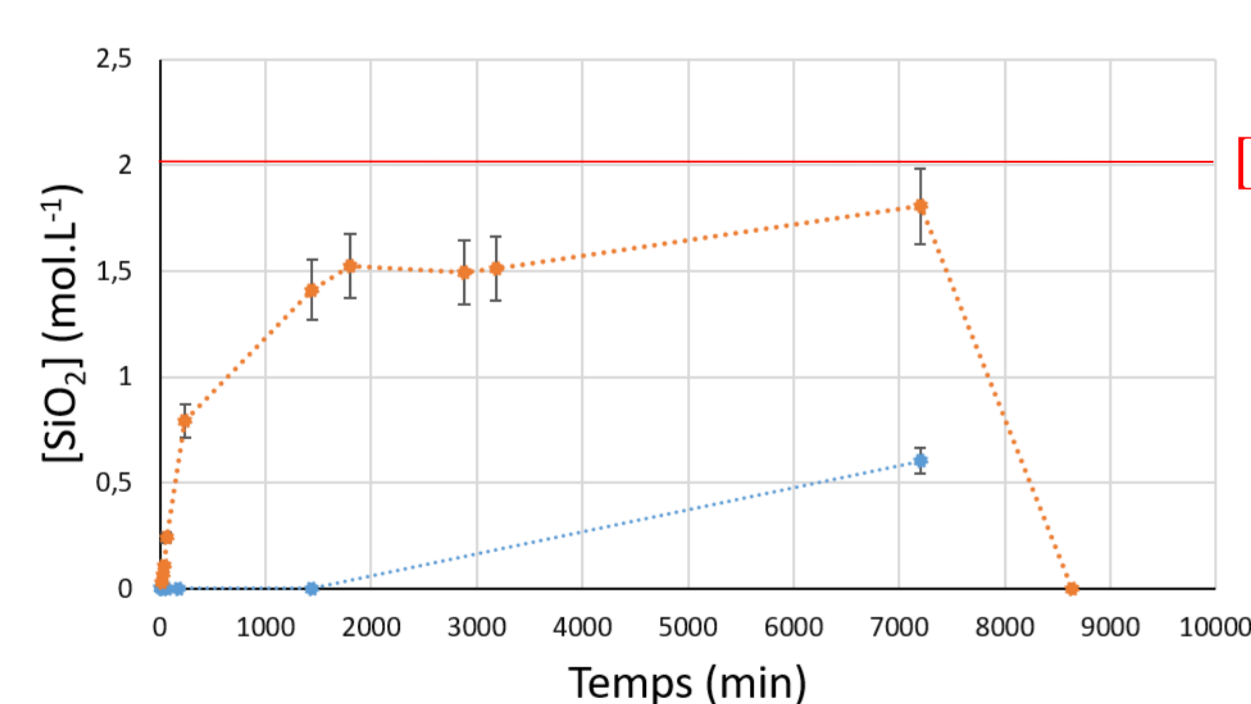


## Résultats

### Essais en milieu soude

[NaOH] = 1 mol.L<sup>-1</sup>; 5 solides, 40°C sous agitation

Mise en solution : totale ou partielle en fonction des solides mais gélification de certains solides



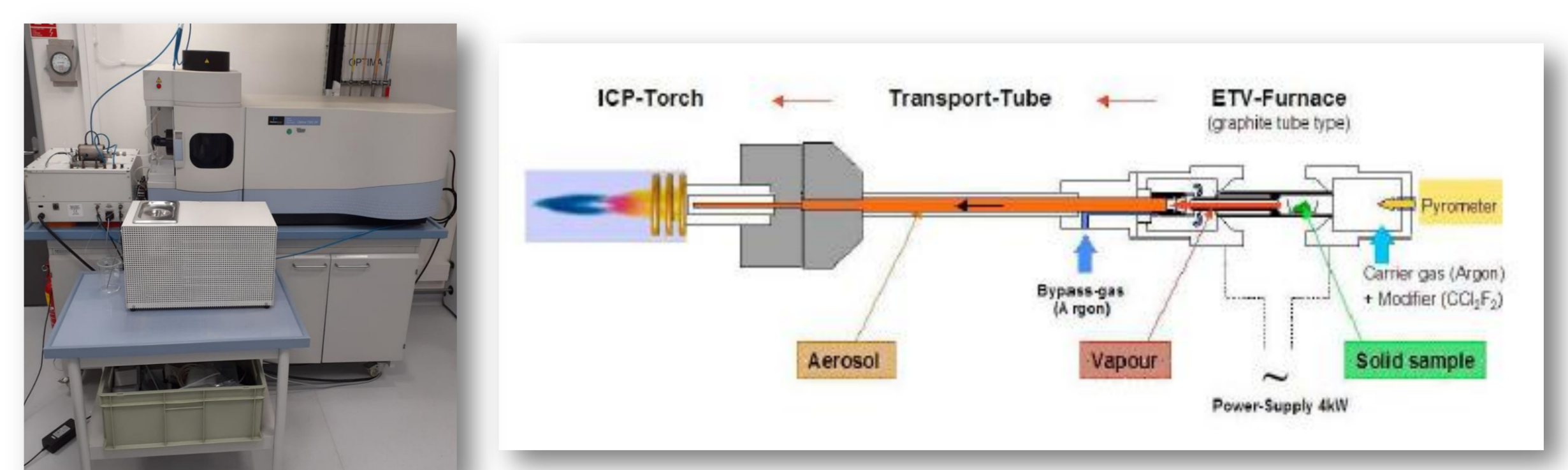
## Conclusions et perspectives

- Mesure par ICP-OES en présence de Na validée
- Essais en NaOH : résultats encourageants, forte solubilité du silicium dans ce milieu.
- Les essais sont reproductibles et répétables.
- Agitation indispensable
- Deux équilibres en compétition : dissolution et polymérisation

### Couplage ETV-ICP-OES

Vaporisation électrothermique : analyse par vaporisation directe du solide

Problématique de **transport des gaz** et d'**étalonnage** à investiguer



Investigations en collaboration avec l'université de Pau