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

Yusif Narmanov^{*1}, Célia Guévar¹, Sarah Baghdadi¹, and Charles Philippe Lienemann²

¹DES, ISEC, DMRC, Univ Montpellier, CEA, Marcoule, France – CEA Marcoule 30207 Bagnols sur Ceze – France

²IFP Energies nouvelles, Rond-point de l'échangeur de Solaize, BP 3 69360 Solaize, France – IFP Energies Nouvelles, Solaize, France – France

Résumé

L'analyse d'échantillons complexes à base de Si sous différentes formes est récurrente dans le domaine du nucléaire, des catalyseurs et des semi-conducteurs. L'une des techniques pour analyser le Si est l'ICP-OES. Or, ce type d'analyse 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 cet élément.

L'objectif de l'étude 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 proposer un protocole de dissolution et d'analyse permettant de mesurer Si quantitativement avec une incertitude maîtrisée (par ICP-OES et couplage ETV-ICP-OES).

Pour cela, des études de dissolution sont menées sur un système simple de silices amorphes et silica gels commerciaux en milieu soude. Les premiers résultats sur le "système simple" (forte solubilité du Si dans NaOH) sont reproductibles et montrent deux équilibres entrant en compétition : la dissolution et la polymérisation des espèces formées. En outre, la méthode de mesure par ICP-OES en présence de Na en "Matrix-matching" (étalonnage en présence de sodium) et standard interne (Ge) est développée et validée. Par ailleurs, les études réalisées montrent que l'agitation est indispensable pour une mise en solution à des fins analytiques et pour obtenir des expériences de dissolution reproductibles. Son impact est également investigué d'un point de vue théorique (impact du type de pâles, agitateur magnétique, ...).

L'un des enjeux de la thèse est d'étudier les mécanismes compétitifs de dissolution/polymérisation du Si et d'arriver à suivre le début de cette polymérisation. En effet, il a été observé que plus le ratio (SiO₂)/(NaOH) était élevé, plus le pourcentage de Si dissous diminuait et plus la polymérisation intervenait tôt.

Une fois le système simple bien caractérisé, des impuretés et actinides seront ajoutés afin d'étudier leur impact sur la mise en solution (système complexe).

*Intervenant