

---

# POSTER - Analyse du phosphore dans un composite oxyde/oxyde : Techniques et solutions

Karine Vielle\*<sup>1</sup>, Benjamin Wasilewski<sup>1</sup>, Lény Goupille<sup>1</sup>, and Thomas Baudens<sup>1</sup>

<sup>1</sup>CEA, DAM, Le Ripault, F-37260 Monts, France – Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA) - Monts – France

## Résumé

Une première analyse par ICP-OES d'un composite oxyde/oxyde a été réalisée après minéralisation en présence d'acide ortho-phosphorique. Cette analyse présentait un bilan massique déficitaire.

Une mesure qualitative par fluorescence X a été réalisée, elle a révélé la présence de phosphore en plus des autres éléments déjà analysés. Il a donc été primordial de quantifier précisément la concentration du phosphore dans ce composite oxyde/oxyde.

Dans ce but, deux pistes ont été mises en œuvre parallèlement :

- La recherche d'une minéralisation alternative ; suivie d'une analyse par ICP-OES des solutions minéralisées obtenues. De nombreux milieux d'attaque ont été testés comprenant plusieurs acides parmi les suivants : HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et HF. Seul un mélange nous a permis d'obtenir une dissolution quasi totale. Ensuite, la dissolution du résidu a été réalisée avec de l'eau ultra-pure, après centrifugation et séparation du résidu et du surnageant.

- L'analyse quantitative par fluorescence X-WDS. Cinq perles étalons représentatives du composite oxyde/oxyde ont été fabriquées à partir de poudres d'oxydes, de solution étalon et d'un fondant contenant métaborate, tétraborate et bromate de lithium. L'analyse de ces perles permet d'établir des droites d'étalonnage pour quantifier ces éléments dans une perle fabriquée à partir de l'échantillon.

Il s'avère que les analyses par ICP-OES réalisées sur ce nouveau milieu de minéralisation, permettent de quantifier correctement le phosphore. Toutefois, ce nouveau milieu de minéralisation ne permet pas d'analyser correctement les autres éléments majeurs présents (bilans massiques compris entre 91 et 95 %). Par conséquent, une analyse complète par ICP-OES de ce composite oxyde/oxyde n'est possible que si deux minéralisations différentes sont réalisées et que la sélection des éléments analysés par minéralisation est judicieusement choisie. Dans ce cas, le bilan massique atteint 99.5%.

L'analyse par FX-WDS quantitative réalisée sur des perles échantillon permet de quantifier correctement le phosphore. Plus rapide, elle permet l'analyse des éléments majeurs présents dans ce composite oxyde/oxyde.

---

\*Intervenant