



HAL
open science

Qualification et optimisation de l'ICP-AES modele Agilent Technologies 5100 SVDV au Laboratoire d'Analyses Radiochimiques et Chimiques du CEA Cadarache

A. Labet, V. Sattin, C. Winkelmann

► **To cite this version:**

A. Labet, V. Sattin, C. Winkelmann. Qualification et optimisation de l'ICP-AES modele Agilent Technologies 5100 SVDV au Laboratoire d'Analyses Radiochimiques et Chimiques du CEA Cadarache. Spectr'Atom 2018, May 2018, Pau, France. cea-02400200

HAL Id: cea-02400200

<https://cea.hal.science/cea-02400200>

Submitted on 21 Feb 2020

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.

A. LABET, V. SATTIN, C. WINKELMANN.
CEA - DEN/DEC

F - 13108 Saint-Paul-Lez-Durance, Cadarache, FRANCE

Contexte et objectif

Le LARC (Laboratoire d'Analyses Radiochimiques et Chimiques) du CEA Cadarache développe et met en œuvre des méthodes d'analyses chimiques et radiochimiques sur différents types de matériaux associés aux circuits réacteurs, combustibles nucléaires, déchets nucléaires, etc.

Le LARC dispose de plusieurs équipements de type ICP-AES et il a fait récemment l'acquisition d'un nouvel appareil de la société Agilent Technologies modèle 5100 SVDV, en remplacement d'un ancien équipement.

- Qualification de l'appareil** ⇒ étape indispensable avant toute validation de méthode,
 ⇒ étape fondamentale pour assurer la fiabilité des résultats obtenus,
 ⇒ établie au moyen de différentes expériences afin d'étudier : le temps de stabilisation, la stabilité à long terme, la répétabilité et sensibilité, la résolution, les LD et LQ, la justesse et le temps de dépollution de l'appareil.
 ⇒ réalisée dans les conditions d'utilisation standard de l'appareil.

- Optimisation de l'appareil**
 > pour obtenir les meilleures performances possibles de mesures,
 > étude basée sur la variation du débit de solution, du débit de gaz de nébulisation, de la puissance et sur le choix de la visée,
 > étape à forte valeur ajoutée pour le laboratoire, car elle permet de choisir les conditions optimales de mesures en fonction de la problématique analytique.

Circuit interlaboratoires CETAMA ⇒ exercice contribuant à la finalisation de la validation des performances de ce nouvel appareil et à la validation de méthode.

Appareil Agilent Technologies modèle 5100 SVDV

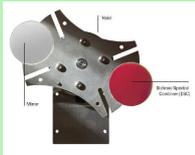
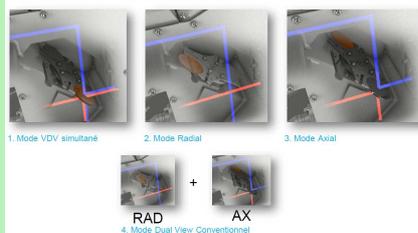
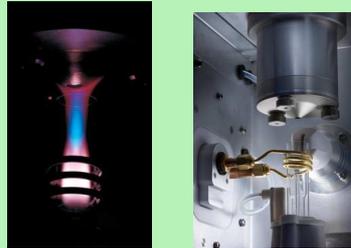


Principales nouveautés par rapport à l'ancien appareil VARIAN VISTA Pro :

- > Torche verticale (plug and play, connexions Ar intégrées, auto-alignée par rapport à la pré-optique...)
- > Nouvelle géométrie de torche
- > Nouveau générateur radiofréquence compact à état solide 27 MHz
- > 4 appareils en 1 : - visée axiale
- visée radiale
- double visée verticale
- double visée verticale simultanée (SVDV)
- > Détecteur CCD Vista Chip 2 (167 à 785 nm) désormais scellé
- > Nouveau logiciel ICP Expert V7



Nébuliseur Seaspray, chambre cyclonique, visée axiale, détecteur CCD



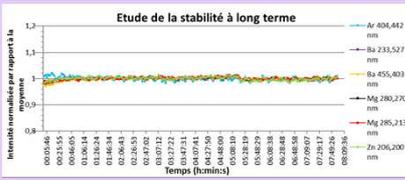
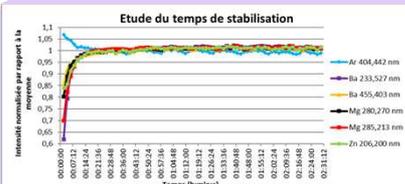
Qualification de l'appareil

Sensibilité et répétabilité

Al	Ar	B	Ca	Co	Cd	Ce	Cr	Cr
162,530 nm	396,152 nm	182,577 nm	283,772 nm	393,366 nm	396,827 nm	214,639 nm	236,002 nm	236,786 nm
2,0	0,8	1,0	4,3	63,9	49,8	9,7	7,5	2,5
3,1	1,2	1,5	5,5	85,1	64,7	12,6	10,3	3,2
314,754 nm	327,395 nm	218,264 nm	279,558 nm	280,270 nm	257,818 nm	202,032 nm	204,098 nm	216,565 nm
0,4	0,2	0,4	79,4	39,6	29,4	19,9	13,3	1,8
0,6	0,3	0,5	100,6	50,8	36,8	24,9	16,6	2,2

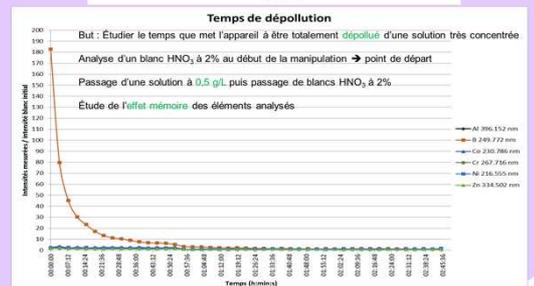
Limites de détection/quantification

Non solution	Al	Ar	B	Ca	Co	Cd	Ce	Cr	Cr
167,819 nm	396,152 nm	182,577 nm	283,772 nm	393,366 nm	396,827 nm	214,639 nm	236,002 nm	236,786 nm	
0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	
SBR	2,78	0,78	1,87	4,21	60,92	42,26	8,61	7,43	2,51
RSD _{10%} (%)	0,0093	0,0033	0,0087	0,0042	0,0298	0,0072	0,0036	0,0035	0,0036
LD (µg/L)	1,61	1,26	1,40	0,30	0,14	0,20	0,23	0,12	0,41
LQ (µg/L)	2,01	1,55	1,71	0,38	0,18	0,25	0,30	0,15	0,52



Paramètre	Débit par élément	Débit de nébulisation	Débit par élément	Visée	Type de nébulisateur
Ar	1,20 L/min	1,20 L/min	1,20 L/min	Axiale	Seaspray
Ba	1,20 L/min	1,20 L/min	1,20 L/min	Axiale	Seaspray
Mg	1,20 L/min	1,20 L/min	1,20 L/min	Axiale	Seaspray
Zn	1,20 L/min	1,20 L/min	1,20 L/min	Axiale	Seaspray

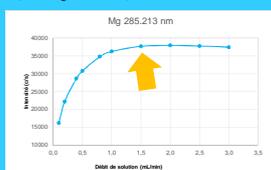
SBR : Signal-to-Background Ratio
RSD : Relative Standard Deviation



Optimisation de l'instrument

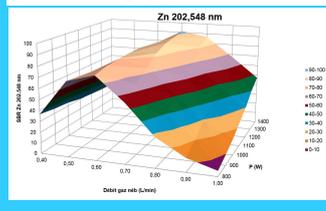
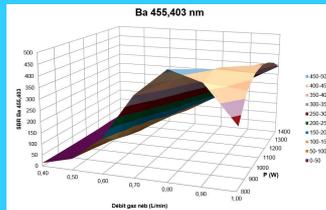
Signal en fonction du débit de solution

Analyses effectuées sur 2 raies des 4 éléments étudiés (Ba, Mg, Mn, Zn)

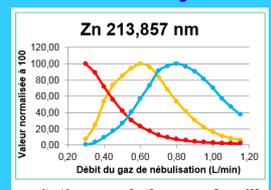


Puissance et gaz de nébulisation

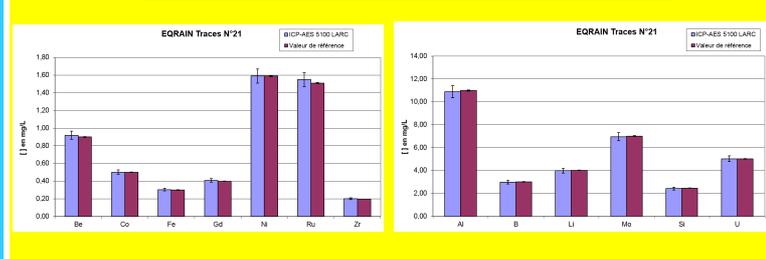
18 éléments étudiés avec 41 A au total



Influence du débit de gaz de nébulisation



Circuit interlaboratoires CETAMA EQRAIN Traces



Conclusions

- La qualification de l'appareil ICP-AES Agilent 5100 SVDV a permis d'acquiescer des résultats essentiels pour valider la méthode de mesures (temps de stabilisation, stabilité à long terme, sensibilité et répétabilité, résolution, LD et LQ, qualification de performances et temps de dépollution)
- L'optimisation de l'appareil a conduit à la définition des paramètres optimaux (débit de solution, de gaz de nébulisation, puissance, comparaison des visées et hauteur de visée radiale) pour certains éléments/raies et de réaliser un compromis pour l'analyse multi-élémentaire
- Le circuit interlaboratoires EQRAIN Traces N°21 a permis de valider les performances de l'appareil en termes de justesse et d'incertitudes de mesure
- Le travail mené dans cette étude a été mis à profit pour analyser de nombreux échantillons d'origines diverses pour différents programmes analytiques du laboratoire.