



Résumés des Présentations (1)

La spectrométrie d'émission atomique : pourquoi est-elle toujours d'actualité ?

Jean-Michel Mermet, Spectroscopy Forever

Certainement une des plus anciennes méthodes instrumentales, la spectrométrie d'émission atomique (SEA) est toujours largement utilisée pour l'analyse élémentaire avec des sources comme l'ICP, la GD, le laser... Cela est dû à ses nombreuses qualités, richesse de l'information, spécificité des spectres, proportionnalité intensité-concentration, aspects théoriques relativement simples. De plus les photons présentent de nombreux avantages, voyageant sans problèmes et ne présentant pas de phénomènes d'implantation ou de mémoire. Cependant, la SEA présente quelques limitations, dont une très grande sensibilité à la source (variation de l'intensité suivant la température et élargissement des raies, phénomènes d'excitation). Compte tenu des développements instrumentaux, le bilan reste très positif.

Le profil d'exactitude : vers l'arme absolue de la validation ?

Guy Granier, CETAMA, Jean-Michel Mermet, Spectroscopy Forever

La validation d'une méthode analytique implique une bonne évaluation des qualités analytiques des résultats, en particulier en ce qui concerne l'exactitude, c'est-à-dire les contributions de la justesse et de la fidélité (fidélité intermédiaire et reproductibilité). La méthode du profil d'exactitude permet d'évaluer l'exactitude en fonction de la concentration et de définir un intervalle de validation au travers des limites de tolérance obtenues par l'expérience et des limites d'acceptabilité fixées par l'utilisateur. Le potentiel de cette approche sera illustré à l'aide d'exemples obtenus par des laboratoires participants à la CETAMA sur les plasmas en spectrométrie d'émission (ICP-AES).





Résumés des Présentations (2)

Analyse panoramique en ICP-OES

Pascal Fichet, CEA, Patrice Mortreuil, Constellium

Dans la plupart des laboratoires, l'analyse par ICP-OES sert à quantifier avec exactitude quelques éléments (1 à 10) dans une matrice connue. Cependant, potentiellement, la spectrométrie d'émission dans le plasma permet de doser une cinquantaine d'éléments avec des limites de quantification qui varient grossièrement du $\mu\text{g/l}$ (Mn, Be, B) au mg/l (P, S, K).

Pascal Fichet (CEA) rappellera les fondamentaux de l'analyse avec IMAGE : comment présenter un mode opératoire pour obtenir un spectre panoramique, - quelle est l'utilité d'un spectre total? - comment découvrir et éliminer les raies interférées avec le MASTER. Il montrera quelques exemples appliqués dans l'industrie du nucléaire : optimisation de circuit d'intercomparaison, - analyses d'aciers. Patrice Mortreuil présentera une application personnalisée dans son laboratoire pour éliminer presque automatiquement les raies interférées, indiquer les éléments recherchés, mais trouvés inférieurs aux limites de dosage et présenter au client candide un tableau récapitulatif des concentrations pour une série d'échantillons a priori inconnus.

Limites de détection et de quantification : une étude comparative et pragmatique des différentes approches en spectrométrie atomique

Philippe Bienvenu, CEA

Les concepts de limites de détection et de quantification sont des notions essentielles pour définir les performances d'une méthode d'analyse quantitative. Paradoxalement, il n'existe pas aujourd'hui de consensus sur la signification de ces valeurs et sur la méthodologie à mettre en œuvre pour déterminer ces limites en spectrométrie atomique.

En s'appuyant sur des résultats d'expérimentations en ICP-AES, l'exposé comparera plusieurs approches appliquées par les laboratoires dans ce domaine : leur principe, les stratégies mises en œuvre et les informations qu'elles apportent sur les performances effectives des méthodes d'analyse. Pour chaque approche, les paramètres déterminants pour optimiser les limites de détection et de quantification seront également discutés.





Résumés des Présentations (3)

Plasma Profiling TOFMS : un nouvel appareil de caractérisation des matériaux et couches minces

Agnès Tempez, HORIBA Jobin Yvon

La technique « Plasma Profiling Time of Flight Mass Spectrometry (PP-TOFMS) » combine une source plasma d'argon créé sous un potentiel radiofréquence (pulsé le plus souvent) avec un spectromètre de masse temps de vol. Cette technique permet en quelques minutes l'analyse directe de couches fines ou ultra-fines (de quelques nanomètres à plusieurs microns) avec une très grande sensibilité et très haute résolution en profondeur. Il y a parfaite adéquation entre cette source rapide et le mode de détection très rapide et d'acquisition quasi-simultanée de toutes les masses pour l'analyse de couches très minces[1]. Grâce à l'acquisition d'un spectre continu, PP-TOFMS donne accès à la distribution élémentaire complète et apporte également une information isotopique. De plus, la configuration du spectromètre de masse temps de vol à extraction orthogonale permet de retenir l'information temporelle de la source. Ceci est d'autant plus important puisque la phase « une fois que la RF est éteinte » (appelée afterglow) est une source plus intense d'ions[2]. Il s'agit d'un mécanisme d'ionisation par les métastables d'Argon ou ionisation Penning. L'information moléculaire est aussi accessible et utilisée pour l'analyse de couches polymériques[3].

Nous donnerons plusieurs exemples sur des matériaux multicouches pour la photonique (nitrures) et le photovoltaïque notamment.

[1]I. S. Molchan, G. E. Thompson, P. Skeldon, N. Trigoulet, A. Tempez, P. Chapon, *Transactions of the Institute of Metal Finishing*, 88, 154-157 (2010). DOI: [10.1179/174591910X12692576434617](https://doi.org/10.1179/174591910X12692576434617)

[2]A. Tempez, N. Bordel, M. Hohl, L. Lobo, J. Orphal, C. Diplasu, A. Surmeian, M. Ganciu and T. Nakamura, *Proceedings of 18th International Symposium on Plasma Chemistry*, Kyoto, Japan (ISPC18, August 26-31, 2007).

[3]N. Tuccitto, L. Lobo, A. Tempez, I. Delfanti, P. Chapon, S. Canulescu, N. Bordel, J. Michler, A. Licciardello, *Rapid communications in Mass Spectrometry*, 23, 549-556 (2009).

DOI: [10.1002/rcm.3906](https://doi.org/10.1002/rcm.3906)