

Automatisation du workflow pour l'analyse des sols par ICP-OES

Analyse productive d'échantillons à matrice chargée à l'aide de l'ICP-OES Agilent 5800 avec système de dilution avancé



Auteur

Daniel McCarthy
Agilent Technologies, Inc.

Introduction

Pour gérer les charges d'échantillons élevées typiques de nombreux laboratoires d'analyse dans le domaine de l'environnement, les utilisateurs de l'ICP-OES ont besoin d'instruments qui fournissent des temps d'analyse par échantillon rapides tout en générant constamment des résultats de haute qualité. Agilent a conçu le système de dilution avancé (ADS 2) pour les instruments d'ICP-OES (et d'ICPMS) Agilent. L'ADS 2 est un système d'autodilution intelligent qui comprend un système de vanne avancé (AVS). Le système améliore la productivité des workflows d'ICP-OES en automatisant de nombreuses tâches manuelles tout au long de la séquence analytique.¹

Par le passé, la réussite de l'exécution d'une méthode ICP-OES reposait sur des tâches manuelles effectuées par un analyste, comme la préparation de mélanges étalons et la dilution d'échantillons dans le cadre d'une procédure générale de préparation d'échantillons. En outre, si les mesures initiales des échantillons produisent des résultats supérieurs à la gamme d'étalonnage et/ou à la gamme dynamique linéaire, l'analyste doit diluer davantage les échantillons. Chacune de ces étapes manuelles est sujette à la contamination causée par des réactifs et aux erreurs de l'utilisateur, qui risqueraient de compromettre la qualité des résultats.

L'inclusion d'une vanne de commutation dans le cadre du système d'introduction des échantillons ICP-OES peut considérablement améliorer la cadence d'analyse. De plus, l'inclusion d'un accessoire d'autodilution peut contribuer à éviter les erreurs de l'utilisateur dues aux dilutions manuelles. Cependant, en raison de leur fonctionnement, nombre de ces accessoires réduisent partiellement les avantages offerts par une vanne de commutation et affectent la cadence d'analyse en dehors des dilutions. Ce n'est pas le cas du système d'autodilution ADS 2, qui permet aux utilisateurs de profiter de tous les avantages offerts par l'automatisation des actions fastidieuses et sujettes aux erreurs lors de la préparation de mélanges étalons et de la dilution des échantillons, et ce, sans compromettre la cadence d'analyse accélérée rendue possible par la vanne de commutation AVS 7. Si aucune dilution n'est requise, l'accessoire a une incidence minime sur le temps de mesure d'échantillon à échantillon.

Dans cette étude, un ICP-OES à double visée verticale (VDV) Agilent 5800 équipé d'une vanne de commutation AVS 7 et du système d'autodilution ADS 2 (figure 1) a été utilisé pour analyser des échantillons de sol selon la méthode standard EPA 6010D.² Étant donné que le contenu des échantillons de sol peut grandement varier, la méthode nécessite l'utilisation d'un large éventail de mélanges étalons. La capacité de l'ADS 2 à créer des étalonnages linéaires et à diluer de manière réactive des échantillons hors gamme a permis à l'ICP-OES 5800 avec AVS 7 d'obtenir des données de haute qualité et d'atteindre des temps d'échantillon à échantillon adaptés aux applications à cadence élevée.

Les échantillons de sol ont été préparés par minéralisation par acide nitrique (HNO₃) assistée par micro-ondes selon la méthode EPA 3051A.³ Les 32 éléments rapportés dans cette étude sont les suivants : argent, aluminium, arsenic, bore, baryum, béryllium, calcium, cadmium, cérium, cobalt, chrome, cuivre, fer, mercure, potassium, lithium, magnésium, manganèse, molybdène, sodium, nickel, phosphore, plomb, antimoine, sélénium, étain, strontium, titane, thallium, vanadium, zinc et zirconium.

Méthode expérimentale

Instruments

ICP-OES

Toutes les mesures ont été effectuées à l'aide de l'ICP-OES 5800 VDV au moyen du logiciel ICP Expert Pro Agilent. La torche verticale de l'ICP-OES 5800 garantit des mesures robustes sur de longues périodes pour une gamme d'échantillons, y compris les échantillons de sol hautement variables pouvant être analysés au moyen de la méthode EPA 6010D. En outre, le détecteur sophistiqué VistaChip III de l'instrument fournit une couverture continue en longueurs d'onde à grande vitesse et permet à l'analyste de choisir plusieurs longueurs d'onde pour chaque élément sans ajouter de retards à l'analyse.



Figure 1. ICP-OES Agilent 5800 VDV avec vanne de commutation AVS intégrée (à gauche), Agilent ADS 2 (au centre) et passeur automatique d'échantillons Agilent SPS 4 (à droite).

Système d'autodilution et de préparation d'échantillons

Pour l'autodilution, une analyse d'échantillon rapide et une cadence d'analyse élevée, l'ICP-OES 5800 VDV était équipé de l'ADS 2 et d'un passeur automatique d'échantillons Agilent SPS 4 (figure 1).

L'ADS 2 est un système d'autodilution à deux seringues et trois vannes qui est situé à côté de l'instrument et est entièrement piloté par le biais du logiciel ICP Expert Pro*. Pendant une autodilution, les seringues distribuent rapidement le diluant et l'échantillon dans une boucle selon un rapport précis afin d'obtenir des facteurs de dilution compris entre 2 et 400. En dehors des autodilutions, une vanne de commutation permet à l'échantillon de contourner presque entièrement le système ADS 2. Cette conception permet de conserver les avantages du transfert rapide des échantillons et de la cadence d'analyse élevée lorsque les échantillons ne doivent pas être dilués.

L'ICP-OES 5800 était équipé d'une chambre de nébulisation cyclonique en verre à double passage, d'une torche VDV amovible Easy-fit avec injecteur de 1,8 mm et d'un nébuliseur SeaSpray. Les conditions opératoires sont indiquées dans les tableaux 1 à 3.

* L'ADS 2 est compatible avec ICP Expert version 7.7 ou ultérieure.

Tableau 1. Instrument ICP-OES Agilent 5800 VDV et paramètres de la méthode.

| Paramètre | Valeur | |
|--------------------------------------|----------------|--------|
| Mode de visualisation | Axial | Radial |
| Temps de lecture (s) | 10 | 10 |
| Nombre de mesures par échantillon | 3 | 3 |
| Délai de transfert d'échantillon (s) | 0 | |
| Temps de stabilisation (s) | 10 | 0 |
| Temps de rinçage (s) | 0 | |
| Vitesse de pompe (tr/min) | 12 | |
| Alimentation RF (kW) | 1,2 | |
| Débit aux. (L/min) | 1 | |
| Débit de plasma (L/min) | 12 | |
| Débit de gaz nébuliseur (L/min) | 0,7 | |
| Hauteur de visualisation (mm) | S.o. | 8 |
| Tuyau de pompe pour échantillons | Blanc-blanc | |
| Tuyau de pompe pour étalons internes | Noir-noir | |
| Tuyau de pompe pour déchets | Bleu-bleu | |
| Correction de fond | Gauche-droite* | |

* La correction de fond gauche-droite et la correction inter éléments (CIE) sont généralement utilisées par les analystes exécutant la méthode US EPA 6010D.

Tableau 2. Paramètres du système à vanne de commutation Agilent AVS 7.

| Paramètre | Valeur |
|--|--------|
| Volume de la boucle d'échantillonnage (mL) | 1,5 |
| Taux de pompage – Transfert (mL/min) | 40 |
| Taux de pompage – Injection (mL/min) | 7 |
| Délai de transfert de vanne (s) | 11 |
| Temps d'injection de bulles (s) | 1,4 |
| Temps de rinçage préventif (s) | 2 |

Tableau 3. Paramètres du système d'autodilution Agilent ADS 2.

| Paramètre | Valeur |
|---|--------|
| Volume de la boucle de dilution (mL) | 1,5 |
| Volume de la seringue de gaz vecteur (mL) | 5 |
| Volume de la seringue de diluant (mL) | 10 |

Préparation d'étalons et d'échantillons

Mélanges étalons

Les solutions mères de mélange étalon et les étalons de correction des interférences ont été préparés à partir de diverses solutions mères monoéléments achetées auprès de High-Purity Standards (Charleston, Caroline du Sud, États-Unis)*. Quatre solutions mères de forte concentration composées de diverses combinaisons des étalons mono-éléments ont été préparées dans du HNO₃ à 10 %.

Ensuite, le système ADS 2 a automatiquement préparé en ligne plusieurs dilutions des solutions mères de mélange étalon et les a introduites dans l'ICP-OES 5800. Les mélanges étalons ont été analysés à des facteurs de dilution de 100, 10 et 1 (non dilués). Si la gamme d'étalonnage doit couvrir un ordre de grandeur plus élevé, le système ADS 2 permet d'utiliser plusieurs solutions mères étalons distinctes contenant des éléments à différentes concentrations.

Matériaux de référence et échantillons

L'exactitude de la méthode a été évaluée par le biais de l'analyse de trois matériaux de référence étalons (SRM) NIST : sol San Joaquin 2709a, sol Montana I 2710a et sol Montana II 2711a. L'AVS 7 a automatiquement ajouté en ligne une solution d'étalon interne (IS) contenant 5 ppm d'yttrium (Y), 5 ppm de lutécium (Lu), 5 ppm d'iridium (Ir) et 100 ppm de rubidium (Rb) dans du HNO₃ à 10 % à l'ensemble des solutions.

Préparation d'échantillons

Les échantillons SRM de sol ont été préparés conformément aux directives de la méthode EPA 3051A. Environ 0,75 g de chaque élément a été pesé avec exactitude et transféré dans un récipient pour micro-ondes en quartz propre. Les échantillons ont été préminéralisés dans 6 mL d'eau déminéralisée à 18 MΩ (Millipore) et dans 6 mL de HNO₃ (Merck) pendant environ 15 minutes. Le récipient a ensuite été fermé et placé dans un système de digestion par micro-ondes BLADE CEM (CEM Corporation, Caroline du Nord, États-Unis) à des fins de minéralisation à l'aide du programme indiqué dans le tableau 4. Une fois les solutions refroidies, de l'eau déminéralisée y a été ajoutée pour atteindre un volume final de 50 mL. Les échantillons ont été minutieusement mélangés au moyen d'un mélangeur vortex, puis centrifugés à 3 000 tr/min pendant 10 minutes.

* Des étalons mono-éléments Agilent sont également disponibles.

Tableau 4. Paramètres de la méthode à micro-ondes.

| Paramètre | Valeur |
|--------------------------------------|--------|
| Température (°C) | 115 |
| Pression (psi) | 700 |
| Durée de montée en température (min) | 5 |
| Durée du palier (min) | 10 |

Autodilution prescriptive

Le système d'autodilution ADS 2 permet de réaliser une dilution prescriptive supplémentaire de l'échantillon. L'analyste indique un facteur de dilution dans le logiciel ICP Expert, puis l'ADS 2 effectue automatiquement la dilution dans le cadre de l'exécution de la feuille de travail. L'autodilution prescriptive est un outil utile pour les laboratoires qui réalisent généralement une dilution manuelle d'une partie ou de la totalité des échantillons avant la mesure. Cette prédilution est généralement réalisée pour les échantillons qui nécessitent une étape de dilution supplémentaire après la préparation initiale, les échantillons comportant des éléments hors gamme connus (en particulier des éléments difficiles à rincer tels que le bore) ou les échantillons à matrice particulièrement chargée. L'autodilution prescriptive permet également de préparer des solutions de contrôle-qualité (CQ) telles que la vérification de l'étalonnage initiale et continue (ICV et CCV) et des solutions de CQ de faible concentration (LL) à un facteur de dilution connu à partir d'une solution mère préparée à l'avance. L'automatisation de la préparation des solutions de CQ élimine une autre source potentielle d'erreurs et permet à l'utilisateur d'effectuer le traitement des données avec la certitude que les solutions ont été correctement préparées. L'ADS 2 a été utilisé pour préparer les solutions de CQ de cette étude.

Autodilution réactive et résumés des résultats

L'ADS 2 effectue automatiquement la dilution de tout échantillon dépassant les paramètres de CQ. Si un échantillon dépasse les limites de concentration définies par l'utilisateur, le logiciel ICP Expert calcule le facteur de dilution nécessaire pour ramener le composé hors gamme dans les limites de la gamme d'étalonnage. L'échantillon concerné est ensuite réanalysé après l'autodilution.

Les utilisateurs de l'ADS 2 peuvent contrôler avec précision les résultats qui déclenchent une autodilution réactive. Ils peuvent facilement activer ou désactiver l'autodilution pour leurs méthodes en fonction de la longueur d'onde et appliquer ces paramètres à tous les échantillons de leur feuille de travail. Il est également possible de définir avec précision les longueurs d'onde qui déclenchent une autodilution pour différentes séquences d'échantillons dans une feuille de travail ou pour des échantillons individuels. Cette option peut aider à gagner beaucoup de temps dans les situations où il n'est pas nécessaire d'obtenir des résultats compris dans la gamme pour tous les composés de tous les échantillons.

De plus, les utilisateurs peuvent déterminer les facteurs de dilution générés par le logiciel en cas de dépassement de la gamme d'étalonnage. Grâce au logiciel ICP Expert, les utilisateurs peuvent choisir de diluer de manière réactive les concentrations hors gamme pour les ramener au milieu ou au bas de la gamme d'étalonnage du composé. Cette option permet de diluer les échantillons afin d'obtenir les résultats d'exactitude les plus élevés en mesurant la concentration diluée à un point où l'étalonnage est linéaire.

Lorsque plusieurs ensembles de résultats ont été obtenus pour un échantillon par le biais d'une nouvelle analyse de plusieurs dilutions, le logiciel ICP Expert est capable de fournir un « résumé » unique à l'utilisateur. Le résultat récapitulatif comprend uniquement les résultats de composé acceptables (selon les paramètres de CQ définis par l'utilisateur) de chaque dilution. Aucune interaction d'analytes n'est requise pour la dilution ni pour la création du récapitulatif des résultats, ce qui réduit considérablement le travail nécessaire et améliore les taux d'acceptation des résultats des échantillons.

Résultats et discussion

Limites de détection de l'instrument et de la méthode

Les limites de détection de l'instrument (IDL) ont été déterminées au moyen des conditions de fonctionnement de l'ICP-OES 5800 VDV décrites dans le tableau 1. Une fois les IDL déterminées, une solution dopée a été préparée à une concentration de 300 à 500 fois l'IDL dans du HNO₃ à 10 % (la même matrice que celle utilisée pour les solutions d'étalonnage). Cette solution a ensuite été diluée à des fins de mesure pour atteindre une concentration de trois à cinq fois l'IDL à l'aide du système d'autodilution ADS 2. Pour déterminer la limite de détection de la méthode (MDL), la solution a été analysée 10 fois sur une période de 3 jours. La MDL calculée était de trois écarts-types de la mesure dopée (tableau 5).

Tableau 5. MDL dans la solution et dans l'échantillon sur la base de 0,75 g d'échantillon dans 50 mL.

| Élément | Longueur d'onde (nm) | MDL dans la solution (mg/L) | MDL dans l'échantillon (mg/kg) | Élément | Longueur d'onde (nm) | MDL dans la solution (mg/L) | MDL dans l'échantillon (mg/kg) |
|---------|----------------------|-----------------------------|--------------------------------|---------|----------------------|-----------------------------|--------------------------------|
| Ag | 328,068 | 0,0004 | 0,0225 | Mn | 257,610 | 0,0001 | 0,0072 |
| Al | 237,312 | 0,0214 | 1,37 | Mo | 204,598 | 0,0011 | 0,0692 |
| As | 188,980 | 0,0039 | 0,252 | Na | 589,592 | 0,0071 | 0,454 |
| B | 249,678 | 0,0003 | 0,0158 | Ni | 231,604 | 0,0005 | 0,034 |
| Ba | 233,527 | 0,0002 | 0,0117 | P | 213,618 | 0,0004 | 0,0264 |
| Be | 313,107 | 2E-05 | 0,0013 | Pb | 220,353 | 0,0028 | 0,175 |
| Ca | 317,933 | 0,0036 | 0,231 | Sb | 217,582 | 0,0063 | 0,399 |
| Cd | 214,439 | 0,0001 | 0,0068 | Se | 196,026 | 0,0038 | 0,244 |
| Ce | 418,659 | 0,001 | 0,0653 | Si | 251,611 | 0,0013 | 0,0817 |
| Co | 230,786 | 0,0006 | 0,0348 | Sn | 189,925 | 0,0038 | 0,239 |
| Cr | 205,56 | 0,0003 | 0,0181 | Sr | 421,552 | 0,0001 | 0,0044 |
| Cu | 327,395 | 0,0004 | 0,0239 | Ti | 334,941 | 0,0001 | 0,0053 |
| Fe | 238,204 | 0,0008 | 0,0487 | Tl | 190,794 | 0,0046 | 0,29 |
| Hg | 184,887 | 0,001 | 0,0644 | V | 292,401 | 0,0008 | 0,0527 |
| K | 766,491 | 0,0903 | 5,75 | Zn | 206,2 | 0,0005 | 0,0331 |
| Li | 670,783 | 0,0012 | 0,0779 | Zr | 327,307 | 0,0002 | 0,0127 |
| Mg | 285,213 | 0,0005 | 0,0295 | | | | |

Autoétalonnage et linéarité

La figure 2 montre des courbes d'étalonnage représentatives pour un élément majeur (Al) et un élément à l'état de trace (As). Tous les étalonnages ont maintenu un coefficient de corrélation minimal $\geq 0,9998$. Tous les étalonnages de tous les éléments sont le résultat de l'autodilution des solutions mères étalons monoéléments à des facteurs de dilution de 100x, 10x et 1x par l'ADS 2. L'inclusion d'un blanc a fourni un étalonnage à quatre points pour chaque élément dans une large gamme de concentrations.

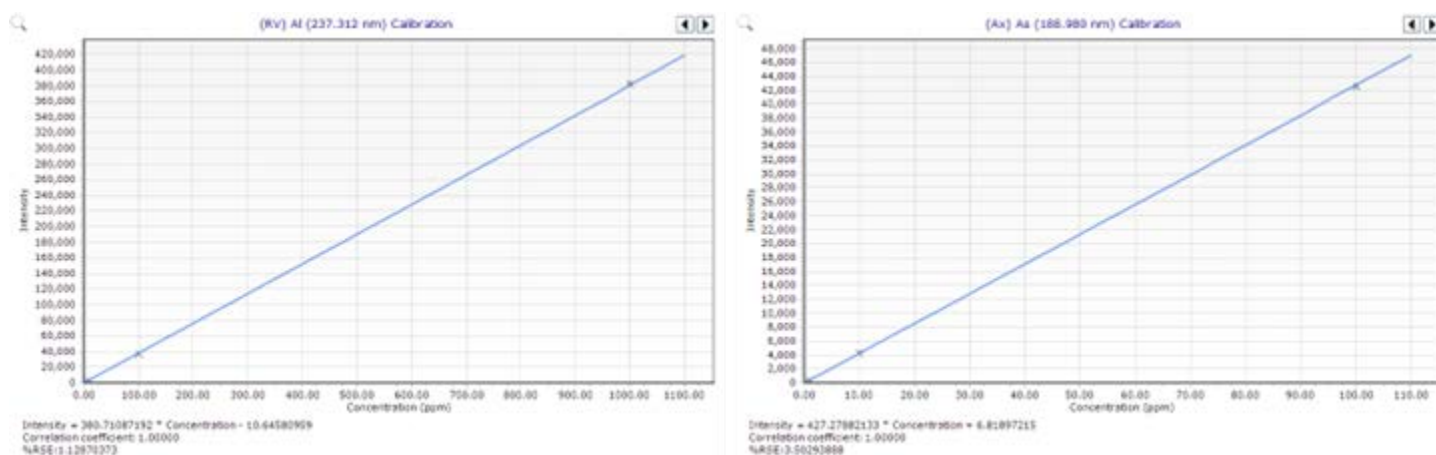


Figure 2. Courbes d'étalonnage représentatives pour l'Al et l'As avec un blanc et des étalons à 1, 10 et 100 ppm. Les points d'étalonnage ont été générés par le biais de la dilution de solutions mères étalons monoéléments à l'aide du système d'autodilution Agilent ADS 2.

SRM et tests de rendement des échantillons de matrice dopés (MS)

Le tableau 6 décrit les résultats de l'analyse des trois SRM de sol obtenus à l'aide de l'ICP-OES 5800 VDV avec ADS 2. Tous les éléments ont été mesurés dans la gamme attendue, conformément à la procédure d'extraction par micro-ondes avec HNO₃ EPA 3051A. Les sols contiennent généralement des éléments de concentrations très variées, avec des métaux tels que l'Al, le Ca, le Fe, le K, le Mg et le Na présents en grande concentration.

Par conséquent, il était nécessaire de diluer les échantillons des SRM pour garantir des résultats compris dans la gamme pour tous les composés. Ces dilutions ont été réalisées automatiquement grâce à la fonctionnalité de dilution réactive de l'ADS 2. Ensuite, le logiciel ICP Expert a automatiquement assemblé un résumé unique des résultats pour chaque échantillon.

Tableau 6. Résultats pour trois SRM de sol mesurés à l'aide de l'ICP-OES Agilent 5800 VDV avec ADS 2. Toutes les unités : mg/kg.

| Élément | Dilution utilisée | SRM 2709a | | | SRM 2710a | | | SRM 2711a | | |
|---------|-------------------|-------------------|-------------------|--------|-------------------|-------------------|--------|-------------------|-------------------|--------|
| | | Limite inférieure | Limite supérieure | Mesuré | Limite inférieure | Limite supérieure | Mesuré | Limite inférieure | Limite supérieure | Mesuré |
| Al | 10 | 13 000 | 17 000 | 16 262 | 8 200 | 12 000 | 9 441 | 9 800 | 15 000 | 14 075 |
| Ca | 10 | 12 000 | 14 000 | 13 748 | 1 700 | 2 000 | 1 855 | 14 000 | 17 000 | 16 028 |
| Fe | 10 | 22 000 | 26 000 | 25 923 | 30 000 | 36 000 | 34 262 | 14 000 | 18 000 | 15 464 |
| K | 10 | 2 600 | 4 000 | 3 023 | 3 800 | 4 700 | 4 189 | 3 300 | 4 600 | 4 174 |
| Mg | 10 | 9 700 | 11 000 | 10 932 | 3 200 | 3 600 | 3 427 | 5 000 | 6 600 | 6 292 |
| Na | 10 | 460 | 610 | 527 | 550 | 650 | 582 | 140 | 210 | 145 |
| Ag | 1 | 0,14 | 4,1 | 0,6 | 31 | 39 | 3,8 | 4 | 6,1 | 5,5 |
| As | 1 | 6,4 | 10,0 | 10,0 | 1 300 | 1 600 | 1 577 | 81 | 110 | 102 |
| B | 1 | | | 30,0 | | | 3,5 | | | 7,2 |
| Ba | 1 | 350 | 400 | 384 | 490 | 540 | 515 | 170 | 220 | 185 |
| Be | 1 | 0,5 | 0,72 | 0,7 | 0,24 | 0,51 | 0,5 | 0,73 | 1,10 | 1,05 |
| Cd | 1 | 0,33 | 0,66 | 0,33 | 9,6 | 12 | 12,0 | 43 | 56 | 53 |
| Ce | 1 | | | 30,1 | | | 23,1 | | | 42,1 |
| Co | 1 | 8,2 | 13 | 10,2 | 2,8 | 5,2 | 3,0 | 5,5 | 9 | 7,0 |
| Cr | 1 | 46 | 67 | 55,7 | 9,2 | 11 | 9,2 | 12 | 18 | 13,8 |
| Cu | 1 | 24 | 28 | 28 | 3 100 | 3 500 | 3 242 | 120 | 160 | 130 |
| Hg | 1 | 0,79 | 0,92 | 0,8 | 9,3 | 12 | 9,9 | 6,3 | 8,3 | 7,7 |
| Li | 1 | | | 28,2 | | | 9,3 | | | 11,3 |
| Mn | 1 | 380 | 450 | 450 | 1 500 | 1 800 | 1 578 | 450 | 580 | 504 |
| Mo | 1 | | | 1,1 | | | 7,5 | | | 1,1 |
| Ni | 1 | 59 | 71 | 70,5 | 4,8 | 6 | 5,1 | 13 | 18 | 15,0 |
| P | 1 | | | 567 | | | 915 | | | 715 |
| Pb | 1 | 8,1 | 11 | 10,0 | 4 700 | 5 800 | 5 259 | 1 100 | 1 400 | 1 294 |
| Sb | 1 | 1,2 | 1,5 | 1,2 | 5 | 12 | 6,2 | 2,8 | 7,2 | 3,1 |
| Se | 1 | 0,69 | 1,9 | 0,8 | 1,5 | 2,6 | 2,1 | 1,4 | 1,9 | 1,8 |
| Sn | 1 | | | 0,8 | | | 7,6 | | | 2,6 |
| Sr | 1 | | | 98,8 | | | 53,9 | | | 36,7 |
| Ti | 1 | | | 147 | | | 622 | | | 174 |
| Tl | 1 | 0,74 | 1,6 | 0,8 | 1,3 | 3,6 | 3,2 | 0,71 | 3,1 | 2,8 |
| V | 1 | 43 | 71 | 53,5 | 35 | 43 | 36,2 | 24 | 34 | 27,5 |
| Zn | 1 | 69 | 87 | 84,9 | 3 300 | 4 400 | 3 882 | 310 | 380 | 361 |
| Zr | 1 | | | 5,6 | | | 8,1 | | | 8,1 |

Les résultats donnés au tableau 6 ont été obtenus sans l'ajout de HCl, un composé souvent ajouté aux échantillons pour garantir la stabilité d'éléments à l'état de traces (comme l'Ag, le Sb et le Hg) dans les solutions. Les rendements ont été obtenus dans la gamme attendue pour l'Ag dans deux des SRM, et pour le Sb et le Hg dans les trois SRM. Pour que l'exactitude de la mesure de tous les éléments à l'état de traces puisse être déterminée sans ajout de HCl, 0,4 mL d'une solution dopée a été ajouté à 10 mL de chaque minéralisat de SRM, ce qui a donné l'ajout de dopage indiqué dans la colonne « Concentration dopée » du tableau 7. Les résultats de rendement du dopage pour tous les éléments, y compris pour l'Ag, le Sb et le Hg, se trouvaient dans une plage de ± 25 % des critères d'acceptation spécifiés dans la méthode EPA 6010D. Les valeurs mesurées et attendues pour les échantillons dopés sont indiquées en mg/L dans la solution.

Tableau 7. Résultats de rendement du dopage pour les éléments à l'état de traces ajoutés aux minéralisats de SRM de sol. Toutes les unités : mg/L.

| Élément | Concentration dopée | SRM 2709a | | | SRM 2710a | | | SRM 2711a | | |
|---------|---------------------|-----------|---------|------------------|-----------|---------|------------------|-----------|---------|------------------|
| | | Mesuré | Attendu | Recouvrement (%) | Mesuré | Attendu | Recouvrement (%) | Mesuré | Attendu | Recouvrement (%) |
| Ag | 0,96 | 1,04 | 0,97 | 107 | 1,05 | 1,02 | 103 | 1,11 | 1,04 | 107 |
| As | 0,96 | 1,09 | 1,11 | 99 | 23,58 | 23,76 | 81 | 2,45 | 2,43 | 102 |
| B | 0,10 | 0,53 | 0,53 | 103 | 0,14 | 0,15 | 98 | 0,21 | 0,20 | 106 |
| Be | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 102 | 0,10 | 0,10 | 99 | 0,11 | 0,11 | 103 |
| Cd | 0,10 | 0,10 | 0,10 | 98 | 0,27 | 0,27 | 98 | 0,87 | 0,86 | 116 |
| Ce | 0,96 | 1,39 | 1,39 | 99 | 1,27 | 1,29 | 98 | 1,57 | 1,57 | 100 |
| Co | 0,10 | 0,23 | 0,24 | 92 | 0,13 | 0,14 | 93 | 0,19 | 0,20 | 97 |
| Cr | 0,96 | 1,76 | 1,76 | 100 | 1,08 | 1,09 | 98 | 1,18 | 1,16 | 102 |
| Cu | 0,96 | 1,33 | 1,36 | 97 | 47,69 | 47,85 | 84 | 2,85 | 2,83 | 101 |
| Hg | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 103 | 0,23 | 0,24 | 96 | 0,21 | 0,21 | 106 |
| Li | 0,96 | 1,37 | 1,37 | 100 | 1,07 | 1,10 | 97 | 1,15 | 1,13 | 102 |
| Mo | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 102 | 0,20 | 0,20 | 100 | 0,12 | 0,11 | 104 |
| Ni | 0,10 | 1,10 | 1,11 | 93 | 0,17 | 0,17 | 96 | 0,31 | 0,31 | 101 |
| P | 0,96 | 9,06 | 9,13 | 93 | 14,10 | 14,20 | 90 | 11,39 | 11,30 | 110 |
| Sb | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 97 | 0,20 | 0,19 | 109 | 0,14 | 0,14 | 101 |
| Se | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 98 | 0,11 | 0,13 | 84 | 0,14 | 0,12 | 118 |
| Sn | 0,10 | 0,11 | 0,11 | 99 | 0,20 | 0,21 | 96 | 0,14 | 0,13 | 102 |
| Ti | 0,96 | 3,19 | 3,09 | 111 | 10,07 | 9,96 | 111 | 3,59 | 3,47 | 112 |
| Tl | 0,10 | 0,10 | 0,11 | 96 | 0,14 | 0,14 | 94 | 0,13 | 0,14 | 89 |
| V | 0,96 | 1,76 | 1,73 | 103 | 1,49 | 1,48 | 101 | 1,41 | 1,36 | 106 |
| Zr | 0,10 | 0,17 | 0,18 | 96 | 0,21 | 0,21 | 93 | 0,21 | 0,21 | 99 |
| Sr | 0,10 | 1,52 | 1,52 | 99 | 0,87 | 0,88 | 96 | 0,64 | 0,63 | 118 |

Stabilité à long terme

La figure 3 montre le niveau d'exactitude de dilution pouvant être obtenu lors de la préparation de solutions de CQ à l'aide de l'ADS 2. En vue de la détermination de la stabilité de l'ICP-OES 5800 VDV et de la cohérence des dilutions automatiques répétées par l'ADS 2 au fil du temps, 258 solutions ont été analysées sur une période de 7 heures. Les solutions étaient composées d'un échantillon de sol minéralisé et de la solution CCV, qui avait été créée à la suite de la dilution 10x d'une solution mère pour chaque mesure avec le système d'autodilution ADS 2. La CCV a été mesurée tous les 10 échantillons. En vue de la démonstration de la stabilité de l'ICP-OES 5800 et de la cohérence des dilutions de l'ADS 2 au cours d'un cycle prolongé, le tracé du rendement de la solution CCV en fonction du temps a été dessiné. Tous les résultats de la CCV se trouvaient à $\pm 10\%$ des valeurs attendues, et le RSD était $< 2\%$ pour tous les éléments.

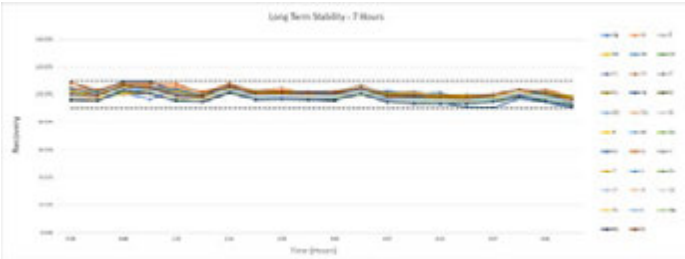


Figure 3. Test de stabilité à long terme montrant le rendement de la solution CCV analysée sur une période de sept heures. Les lignes pointillées montrent les limites de contrôle de $\pm 10\%$.

Cadence d'analyse

Le tableau 8 montre les temps d'échantillon à échantillon obtenus à l'aide de cette méthode à divers facteurs de dilution avec l'ADS 2. Les durées indiquées correspondent à la moyenne des temps d'échantillon à échantillon de 10 mesures en duplicat d'échantillons à chacun des facteurs de dilution. Toutes les durées comprennent le temps de mesure total de 60 s, comme indiqué dans le tableau 1.

Tableau 8. Temps d'échantillon à échantillon obtenus à l'aide de l'ADS 2 à différents facteurs de dilution.

| Facteur de dilution | Temps d'échantillon total |
|---------------------|---------------------------|
| 1 (non dilué) | 1 min 30 s |
| 10 | 1 min 56 s |
| 100 | 1 min 58 s |
| 200 | 2 min 1 s |

Le temps d'échantillon à échantillon non dilué obtenu dans cette application n'ajoute que deux secondes à la durée obtenue au cours d'une précédente étude sur l'analyse des échantillons de déchets par l'ICP-OES 5800 avec AVS 7 selon la méthode US EPA 6010D.⁴ Aucun système d'autodilution n'avait été utilisé dans le cadre de cette autre étude. Les durées montrent que l'ADS 2 a une incidence minime sur la cadence d'analyse lorsqu'aucune dilution des échantillons n'est requise.

Conclusion

L'ICP-OES Agilent 5800 VDV est l'instrument idéal pour les laboratoires cherchant à obtenir des résultats d'une très grande exactitude et une cadence d'analyse élevée, tout en suivant les exigences de la méthodologie US EPA 6010D. L'intégration du système d'autodilution Agilent ADS 2 et de la vanne de commutation AVS 7 à l'ICP-OES 5800 améliore l'efficacité du workflow, en particulier pour l'analyse d'échantillons complexes tels que le sol. Le système d'automatisation du workflow ICP-OES Agilent pour l'analyse d'échantillons environnementaux offre les avantages suivants :

- Un autoétalonnage qui crée automatiquement et en temps réel des étalonnages à plusieurs niveaux à partir de solutions mères monoéléments initiales. L'ADS 2 rend possibles des dilutions jusqu'à un facteur de 400, ce qui permet aux autoétalonnages de couvrir une large gamme de concentrations. Le système génère également des dilutions de très grande répétabilité sur de longues périodes, garantissant ainsi un étalonnage cohérent d'un jour à l'autre.
- Une autodilution prescriptive qui permet à l'analyste de spécifier un facteur de dilution pour une prémesure d'échantillon et de configurer l'ADS 2 pour qu'il effectue automatiquement cette dilution dans le cadre de l'exécution de la feuille de travail. Par rapport aux dilutions manuelles plus conventionnelles réalisées dans de nombreux laboratoires, l'autodilution prescriptive offre un gain de temps important tout en réduisant le risque d'erreur humaine et de contamination.
- Grâce à l'autodilution réactive, l'ADS 2 dilue automatiquement les échantillons si le résultat d'un composé ou d'un étalon interne dépasse les gammes acceptables définies par l'utilisateur. Cette fonction d'autodilution intelligente réduit considérablement la nécessité de réanalyser des échantillons à la fin d'une analyse, ce qui améliore les délais et réduit le coût par échantillon global.
- La fonctionnalité de résumé des résultats du logiciel ICP Expert Agilent permet également de gagner du temps, car elle assemble les résultats obtenus au cours de diverses dilutions en une ligne unique et facile à interpréter sur la page de l'analyse.

L'ICP-OES 5800 avec ADS 2 a fourni des MDL inférieures à 1 mg/kg pour la plupart des éléments de l'échantillon, ce qui met en évidence la sensibilité de la méthode pour l'analyse multi-élémentaire des sols. Les rendements des éléments dans les SRM de sol, compris dans la gamme attendue, confirment l'adéquation de la méthode de préparation d'échantillons. Le rendement des analytes à l'état de trace dopés dans les SRM de sol était compris dans une plage de $\pm 20\%$, ce qui prouve l'exactitude de la méthode. L'ICP-OES 5800 VDV a démontré une excellente stabilité sur une période de sept heures, avec des rendements de mesures de CQ compris dans une plage de $\pm 10\%$, et un % RSD moyen inférieur à 2 %.

Références

1. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, publication Agilent, [5994-7211EN](#)
2. EPA Method 6010D (SW-846): Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry, Revision 5, July 2018, consulté en janvier 2024, <https://www.epa.gov/esam/epa-method-6010d-sw-846-inductively-coupled-plasma-atomic-emission-spectrometry>
3. EPA Method 3051A Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils, Revision 1, February 2007, consulté en janvier 2024, <https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-12/documents/3051a.pdf>
4. Riles, P., Analysis of Waste Samples According to US EPA Method 6010D, publication Agilent, [5994-2027EN](#)

Remarque : un guide des références des consommables pour l'analyse des échantillons de déchets à l'aide de l'ICP-OES est disponible [ici](#).

Références Agilent

| Description | Référence |
|---|-------------|
| Torche Easy Fit 1,8 mm semi-amovible pour ICP-OES VDV/SVDV série 5000 | G8010-60236 |
| Chambre de nébulisation à double passage, conception cyclonique en verre avec logement pour joint à rotule et sortie d'évacuation UniFit, pour système d'ICP-OES Agilent série 5000 | G8010-60256 |
| Nébuliseur concentrique en verre SeaSpray pour ICP-OES série 5000 | G8010-60255 |
| Tuyau de pompe péristaltique, blanc/blanc, 12/pqt | 3710034400 |
| Tuyau de pompe péristaltique, noir/noir, 12/pqt | 3710027200 |
| Tuyau de pompe péristaltique, bleu/bleu, 12/pqt | 3710034600 |

| | |
|--|-----------|
| Étalon de contrôle qualité multi-élément Agilent 27 | 5190-9418 |
| Seringue, 5 mL, diluteur ADS (pour gaz vecteur d'ICP-OES et d'ICPMS) | 5299-0037 |
| Seringue, 10 mL, diluteur ADS (pour diluant d'ICP-OES) | 5299-0038 |
| Boucle d'échantillonnage ADS/AVS, 1,50 mL, 1,00 mm de d.i., 1/pqt | 5005-0425 |
| Kit de flacons de diluant/gaz vecteur pour ADS 2 et passeur automatique d'échantillons (6 L PEHD) | 5005-0435 |
| Étalon d'aluminium (Al), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8353 |
| Étalon d'antimoine (Sb), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 1 %, acide tartrique à 1 %, 500 mL | 5190-8355 |
| Étalon d'arsenic (As), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8357 |
| Étalon de baryum (Ba), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8359 |
| Étalon de béryllium (Be), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8361 |
| Étalon de bore (B), 10 000 µg/mL, dans du NH ₄ OH à 1 %, 500 mL | 5190-8365 |
| Étalon de cadmium (Cd), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8367 |
| Étalon de calcium (Ca), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8369 |
| Étalon de cérium (Ce), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8371 |
| Étalon de chrome (Cr), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8375 |
| Étalon de cobalt (Co), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8377 |
| Étalon de cuivre (Cu), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8379 |
| Étalon de plomb (Pb), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8407 |
| Étalon de lithium (Li), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8409 |
| Étalon de magnésium (Mg), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8413 |
| Étalon de manganèse (Mn), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8415 |
| Étalon de mercure (Hg), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8417 |
| Étalon de nickel (Ni), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8423 |
| Étalon de phosphore (P), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8429 |
| Étalon de potassium (K), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8433 |
| Étalon de sélénium (Se), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8449 |
| Étalon d'argent (Ag), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8453 |
| Étalon de sodium (Na), pour ICP-OES et MP-AES, 10 000 µg/mL, 500 mL | 5190-8206 |
| Étalon de strontium (Sr), pour ICP-OES et MP-AES, 10 000 µg/mL, 500 mL | 5190-8208 |
| Étalon de titane (Ti), 10 000 µg/mL, dans du H ₂ O, 500 mL | 5190-8225 |
| Étalon de vanadium (V), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8229 |
| Étalon de zinc (Zn), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 500 mL | 5190-8235 |
| Étalon de fer (Fe), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 100 mL | 5190-8402 |
| Étalon de molybdène (Mo), 10 000 µg/mL, dans du NH ₄ OH à 1 %, 100 mL | 5190-8418 |
| Étalon de thallium (Tl), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 100 mL | 5190-8217 |
| Étalon d'étain (Sn), 10 000 µg/mL, dans du HCl à 20 %, 100 mL | 5190-8221 |
| Étalon de zirconium (Zr), 10 000 µg/mL, dans du HNO ₃ à 5 %, 100 mL | 5190-8236 |

www.agilent.com/chem/5800icp-oes

DE36347297

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.