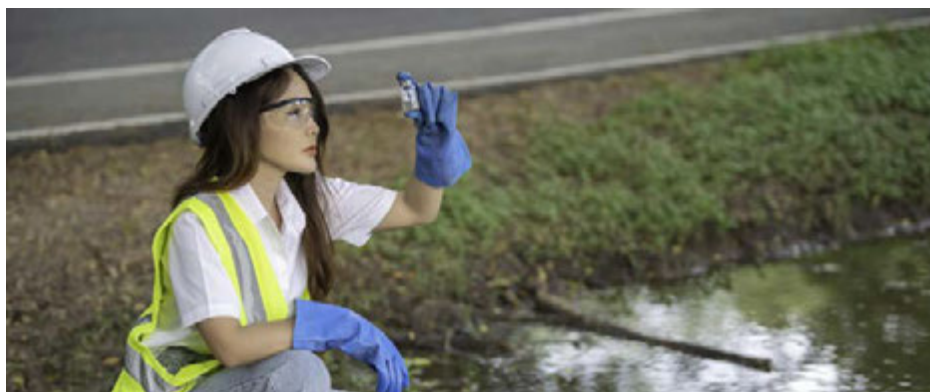


# Analyse automatisée d'échantillons environnementaux à matrice peu chargée ou chargée avec une seule méthode ICP-MS

Analyse multi-élémentaire efficace des eaux, des sédiments et des sols par l'ICP-MS Agilent 7850 avec système de dilution avancé



## Auteur

Rentaro Yamashita  
Agilent Technologies, Inc.

## Introduction

Le système de dilution avancé (Advanced Dilution System, ADS 2) Agilent est un nouveau système de dilution automatique à deux seringues pour les instruments ICP-MS Agilent capable de diluer automatiquement jusqu'à 400 fois des solutions mères étalons et des échantillons. Agilent a créé l'ADS 2 afin d'optimiser l'efficacité et le coût par échantillon des analyses élémentaires en automatisant l'étalonnage, la dilution de l'échantillon et la nouvelle analyse des échantillons hors gamme.<sup>1</sup>

Avec ses faibles limites de détection, sa large gamme dynamique, sa cadence élevée et ses capacités multi-élémentaires, l'analyseur ICP-MS est couramment utilisé dans les laboratoires environnementaux pour quantifier plusieurs éléments dans les échantillons aux matrices variées. Les établissements travaillant dans le domaine de l'environnement inorganique jouent un rôle essentiel dans la surveillance de l'environnement, les tests de conformité aux réglementations en vigueur et l'étude de l'impact de polluants environnementaux sur les écosystèmes. Les laboratoires sous contrat de taille moyenne à grande peuvent analyser plusieurs centaines d'échantillons par jour, y compris de l'eau potable et de surface, des sols, des sédiments, des effluents, des produits agricoles et des déversements chimiques. Afin de pouvoir gérer des volumes d'échantillons aussi vastes et variés, les gestionnaires de laboratoire sont toujours à la recherche de nouvelles façons d'optimiser l'efficacité et la productivité de leurs flux de travail et de réduire la charge de travail du personnel.

De nombreux laboratoires effectuent un criblage des échantillons inconnus avant le développement de méthodes et l'analyse quantitative. Cependant, avec l'ADS 2 intégré, l'analyseur ICP-MS Agilent peut traiter une plus grande variété de types d'échantillons sans criblage préalable, en combinant une dilution prescriptive et réactive pour améliorer grandement la cadence d'analyse.

L'ICP-MS Agilent 7850 est idéal pour la mesure de la masse précise des échantillons environnementaux, y compris des échantillons avec une teneur élevée en solides dissous (TDS).<sup>2,3</sup> L'analyseur ICP-MS 7850 comprend les fonctionnalités suivantes, qui profitent aux laboratoires effectuant des dosages de routine :

- **Source d'ionisation à plasma robuste** : le plasma optimisé (faible rapport  $CeO^+/Ce^+$ ) peut traiter facilement des types d'échantillons variés, afin d'offrir des données exactes, une bonne stabilité à long terme et une maintenance allégée.
- **Gamme dynamique linéaire sur dix ordres de grandeur** : la large gamme analytique simplifie la configuration de méthode, car les composés majeurs et à l'état de trace peuvent être mesurés dans une même analyse. Cela permet ainsi de réduire le nombre de réanalyses dues à des résultats hors gamme.
- **Mode de collision par hélium (He) à système de réaction octopolaire (ORS<sup>4</sup>)** : le mode de collision He permet de contrôler les interférences spectrales communes par discrimination d'énergie cinétique (KED), afin de garantir la précision des données.
- **Technologie de dilution de l'aérosol à introduction pour matrice ultra chargée (UHMI)** : l'UHMI améliore davantage la robustesse exceptionnelle du plasma pour l'ICP-MS 7850, ce qui permet de l'instrument de traiter des échantillons présentant une teneur en TDS de l'ordre de plusieurs pour cent.

- **Agilent ICP-MS MassHunter** : ce puissant logiciel comprend des préréglages pratiques, des méthodes et modèles de rapport intégrés, ainsi que différentes fonctions utiles qui simplifient tous les aspects du flux de travail analytique.

Afin d'améliorer davantage la productivité du laboratoire à travers l'automatisation, un système entièrement intégré comprenant l'ICP-MS 7850 et l'ADS 2 permet d'exécuter automatiquement ces trois fonctions essentielles pour gagner du temps :

- **Étalonnage automatique** : toutes les courbes d'étalonnage peuvent être préparées automatiquement depuis une seule solution mère, afin de réduire considérablement le temps requis pour préparer des solutions étalons.
- **Dilution prescriptive** : la dilution automatique des échantillons avant la mesure réduit le temps nécessaire pour préparer des échantillons à matrice chargée. La dilution automatique en ligne réduit les opérations manuelles, tout en limitant les risques d'erreur humaine et de contamination durant la préparation de l'échantillon.
- **Dilution réactive** : diluez et remesurez automatiquement les échantillons immédiatement lorsque la concentration dépasse la gamme d'étalonnage ou quand les éléments de l'étalon interne manifestent une suppression ou une intensification. Cette fonctionnalité de l'ADS 2 permet d'éviter la répétition post-analyse et la dilution manuelle des échantillons hors gamme, afin d'améliorer davantage la productivité et de permettre aux analystes de se concentrer sur des tâches plus productives.

Cette note d'application utilise l'ICP-MS Agilent 7850 équipé de l'ADS 2 et du passeur automatique d'échantillons Agilent SPS 4 pour mesurer 26 éléments majeurs, mineurs et à l'état de trace dans différents échantillons environnementaux avec une seule méthode. L'exactitude de la dilution et la stabilité à long terme de l'ICP-MS 7850 avec l'ADS 2 ont été évaluées pour l'analyse de l'eau potable, des eaux usées, des sédiments de cours d'eau, des sols et de l'eau de mer artificielle.

## Méthode expérimentale

### Instruments

L'ICP-MS 7850 avec ADS 2 et passeur automatique d'échantillons SPS 4 intégrés (figure 1) a été contrôlé avec le logiciel ICP-MS MassHunter version 5.3. L'ADS 2 est un système de dilution modulaire à deux seringues préconfiguré, qui comprend un système de vanne avancé pour l'ICP-MS (AVS MS)\*. Le système est facile à installer, à utiliser, à entretenir et à dépanner, soit autant de facteurs qui permettent de diminuer les coûts de fonctionnement et d'améliorer la cadence d'analyse en limitant les opérations manuelles et le temps de travail des analystes.



**Figure 1.** ICP-MS Agilent 7850 équipé du dilueur automatique Agilent ADS 2 et du passeur automatique d'échantillons Agilent SPS 4.

L'ICP-MS 7850 a été équipé du système d'introduction des échantillons standard, qui se compose d'un nébuliseur concentrique en verre MicroMist, d'une chambre de nébulisation en quartz à température contrôlée et d'une torche à quartz avec injecteur de 2,5 mm de d.i. Un cône échantillonneur en cuivre plaqué nickel a été utilisé avec un cône écrêteur en nickel.

Comme illustré dans le tableau 1, l'ORS<sup>4</sup> a été utilisé dans trois modes de gaz : sans gaz (pour Be), He (pour 24 éléments) et He haute énergie amélioré (mode HEHe mode pour Se). L'UHMI-4 a été choisi comme réglage de plasma, car la teneur en TDS de certains échantillons était inconnue. Le tableau 1 affiche les paramètres du plasma et de l'instrument, les lignes grisées correspondant aux réglages automatiquement définis de l'UHMI. Les tensions de la lentille ionique ont été optimisées automatiquement pour maximiser la sensibilité.

**Tableau 1.** Paramètres opérationnels de l'ICP-MS Agilent 7850.

Paramètre	Sans gaz	He	HEHe
Mode de plasma	UHMI-4		
Alimentation RF (W)	1 600		
Profondeur d'échantillonnage (mm)	10		
Gaz de nébulisation (L/min)	0,83		
Gaz de dilution (L/min)	0,15		
Réglage de lentille	Autotune		
Débit du gaz de la cellule (mL/min)	0	5	10
Discrimination d'énergie (V)	5	5	7

Les paramètres grisés sont définis automatiquement avec l'UHMI. Réglages du mode HEHe amélioré utilisé pour le sélénium (Se).

L'ADS 2 peut diluer automatiquement des solutions jusqu'à un facteur de 400, ce qui le rend particulièrement adapté à la préparation d'étalonnages multiniveaux et à la dilution automatique d'échantillons à matrice chargée (dilution prescriptive). Outre la dilution prescriptive, l'ADS 2 peut être utilisé pour diluer et remesurer automatiquement les échantillons (dilution réactive) si la concentration de certains éléments dépasse une concentration définie par l'utilisateur, comme la concentration d'étalonnage maximale.

Comme illustré dans la figure 2, la fonction de dilution réactive peut être définie dans l'onglet QC (CQ) du logiciel pour « Out of Calibration Curve Concentration Range » (Gamme de concentration hors courbe d'étalonnage) en sélectionnant « Dilute and Re-Run » (Diluer et analyser à nouveau). Cette fonction peut également être appliquée sur le signal « ISTD Recovery » (Recouvrement de l'étalon interne) de l'étalon interne.

Outlier	Minimum Value	Maximum Value	Method	
			Reference	Error Action
Calibration Curve Fit R	0.995			Ignore and Continue
Relative Standard Error %		90		Abort
Relative Error %		90		Abort
ISTD Recovery % [ compared with CalBlk ]	75	125		Dilute and Re-Run
Spike Recovery % [ compared with SpikeRef ]			<a href="#">Spike Ref</a>	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [ use 'QC1' Sample ]	90	110	<a href="#">QC1</a>	Recalibrate and Continue
QC Sample Conc Stability % [ use 'QC2' Sample ]	85	115	<a href="#">QC2</a>	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [ use 'QC3' Sample ]			<a href="#">QC3</a>	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [ use 'QC4' Sample ]			<a href="#">QC4</a>	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [ use 'QC5' Sample ]			<a href="#">QC5</a>	Ignore and Continue
Count RSD %		5	>= 10000 cps	Ignore and Continue
Blank Conc Level % [ use 'BlkVrfy' Sample ]		100	<a href="#">BlkVrfy</a>	Run Blank and Continue
▶ Out of Calibration Curve Concentration Range %		125		Dilute and Re-Run

**Figure 2.** Onglet QC (CQ) dans le logiciel Agilent ICP-MS MassHunter version 5.3 illustrant la marche à suivre en cas de résultats hors normes pour le recouvrement de l'étalon interne et/ou pour le pourcentage de gamme de concentration hors courbe d'étalonnage.

Des détails sur la configuration matérielle pour l'ADS 2 et le passeur automatique d'échantillons Agilent SPS 4 sont inclus dans le tableau 2, tandis que les paramètres d'introduction de l'échantillon de l'ADS 2 sont présentés dans le tableau 3.

**Tableau 2.** Configuration de l'Agilent ADS 2 et du passeur automatique d'échantillons Agilent SPS 4.

Paramètre	Détails
Boucle d'échantillonnage	1,5 mL
Seringue de vecteur	5 mL, verre
Seringue de diluant	10 mL, quartz
Temps par analyse	150 s (sans dilution), 175 à 190 s (avec dilution)
Sonde	1,0 mm de d.i., 100 cm de long (tube)
Tuyau de pompe péristaltique	Côté alimentation : gris/gris. Côté évacuation : violet/blanc.

**Tableau 3.** Paramètres d'introduction de l'échantillon de l'Agilent ADS 2.

Phase	Temps (s)	Vitesse de pompage (%)	Flacon	Vanne
Chargement de l'échantillon	10	50	Échantillon	Chargement
Stabilisation	8	5	Port de rinçage	Injection
Rinçage de la sonde (échantillon/étalon)	15	5	Port de rinçage	Injection
Rinçage de la sonde 1	5	50	Port de rinçage	Injection
Rinçage de la sonde 2	20	0	Port de rinçage	Injection
Rinçage 3	1	0	Accueil	Injection
Lavage de boucle/sonde facultatif	10	50	Port de rinçage	Chargement
Lavage de boucle facultatif	1	5	Port de rinçage	Injection
Lavage de boucle/sonde facultatif (dilution)	10	50	Port de rinçage	Chargement

*Rinçage de la sonde 1 : toute contamination de la solution de rinçage pendant l'opération « Rinçage de la sonde (échantillon/étalon) » est éliminée en augmentant la vitesse de pompage pendant une courte durée. Rinçage de la sonde 2 : la solution de rinçage fraîche s'accumule dans le port de rinçage en préparation du processus de lavage de boucle facultatif. Le rinçage de la sonde 3 permet de limiter la consommation de solution de rinçage en réglant la sonde sur la position « Accueil ».*

## Échantillons et solutions

Toutes les solutions (vecteur, diluant, rinçage, étalon interne et mélanges étalons) ont été préparées avec de l'acide nitrique à 1 % (HNO<sub>3</sub>) et de l'acide chlorhydrique à 0,5 % (HCl). Le HCl a été inclus pour garantir la stabilité de différents éléments, notamment Ag, Sb et Hg, dans la solution.

Les mélanges étalons, les dopages et les étalons de contrôle-qualité (CQ) ont été préparés à partir de l'étalon d'analyse environnementale Agilent (référence 5183-4688). Des étalons mono-éléments ont également été utilisés pour les éléments Al, Mn, Zn, Hg et Pb (Kanto Chemicals, Japon)\*. Les courbes d'étalonnage ont été définies à partir d'un seul mélange de solutions mères étalons, qui a été dilué automatiquement à 400x, 200x, 100x, 50x, 20x, 10x, 5x, 2x et 1x (non dilué) avec l'ADS 2. La gamme d'étalonnage de chaque élément est détaillée dans le tableau 4.

**Tableau 4.** Gamme de concentration des courbes d'étalonnage.

Éléments	Gamme d'étalonnage (µg/L)
Na, Mg, Al, K, Ca et Fe	25 à 10 000
Mn, Zn et Pb	2,5 à 1 000
Hg	0,005 à 2
Be, V, Cr, Co, Ni, Cu, As, Se, Mo, Ag, Cd, Sb, Ba, Tl, Th et U	0,25 à 100

Les détails concernant les matériaux de référence certifiés (MRC) pour l'eau potable, les eaux usées, les sédiments de cours d'eau et les sols sont fournis dans le tableau 5, ainsi que ceux relatifs à l'eau de mer artificielle.

**Tableau 5.** Liste d'échantillons environnementaux analysés dans cette étude.

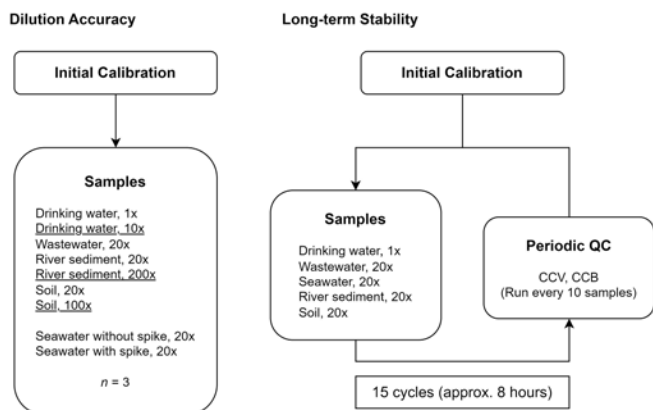
Nom	Type	Fournisseur
NIST 1643f Trace Elements in Water (1643f)	Eau potable	NIST, Gaithersburg MD
Certified Waste Water - Trace Metals Solution H (CWW-TM-H)	Eaux usées	High-Purity Standards, Charleston SC, États-Unis
River Sediment Solution B (RS-B)	Sédiments de cours d'eau	High-Purity Standards, Charleston SC, États-Unis
Soil Solution B (Soil-B)	Sol	High-Purity Standards, Charleston SC, États-Unis
Marine Art SF-1	Eau de mer artificielle	Osakayakken, Japon

Les étalons de vérification de l'étalonnage initiale (ICV) et de vérification de l'étalonnage en continu (CCV) et les solutions de blanc d'étalonnage initial (ICB) et de blanc d'étalonnage en continu (CCB) ont été utilisés pour les contrôles de CQ intra-analyse. Les étalons d'ICV et de CCV ont été préparés avec l'ADS 2 en diluant la solution mère d'étalonnage par un facteur de deux.

La solution d'étalon interne a été préparée à partir du mélange d'étalons internes Agilent (référence 5183-4681). Des étalons mono-éléments\* ont été utilisés pour les éléments Ge (SPEX CertiPrep, Metuchen, NJ, États-Unis) et Ir (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, États-Unis). La solution d'étalon interne comprenant les éléments <sup>6</sup>Li, Sc, Ge, Y, In, Tb et Ir à 1 ppm a été ajoutée automatiquement en ligne. Un tube à petit diamètre a été utilisé pour limiter la dilution de l'échantillon, afin d'arriver à une dilution d'environ 15x de la solution mère d'étalon interne.

## Flux de travail analytique

Les tests d'exactitude de la dilution et de stabilité à long terme ont été menés séparément, comme défini dans le flux de travail analytique illustré dans la figure 3.



**Figure 3.** Séquence analytique illustrant les facteurs de dilution de l'échantillon. Pour le test d'exactitude de la dilution, les échantillons soulignés ont également été mesurés avec l'ICP-MS Agilent 7850 après une dilution réactive automatique par l'ADS 2 Agilent.

Afin d'évaluer l'exactitude de la dilution, l'échantillon de MRC d'eau potable a été mesuré sans dilution, tandis que les échantillons de MRC dans des matrices à charge élevée ont été mesurés avec une dilution prescriptive 20x automatique. Les résultats mesurés ont été comparés aux valeurs certifiées. Si la concentration d'un seul élément dépassait la gamme d'étalonnage, l'ADS 2 lançait automatiquement une nouvelle analyse de l'échantillon après une dilution réactive automatique. Afin d'étudier davantage l'exactitude de la dilution, un échantillon d'eau de mer artificielle a été dopé et les recouvrements d'addition d'étalon ont été évalués.

Dans le test de stabilité à long terme, les mêmes facteurs de dilution et échantillons ont été utilisés, mais sans dilution réactive ou dopage de l'échantillon d'eau de mer artificielle. Les solutions de CCV et de CCB ont été mesurées après chaque tranche de 10 échantillons sur un cycle de huit heures.

## Résultats et discussion

### Limites de détection de l'instrument et étalonnage automatique

Les limites de détection de l'instrument (IDL) pour 26 éléments ont été calculées à partir de trois fois l'écart-type des mesures de sept aliquotes en réplique du blanc d'étalonnage (tableau 6).

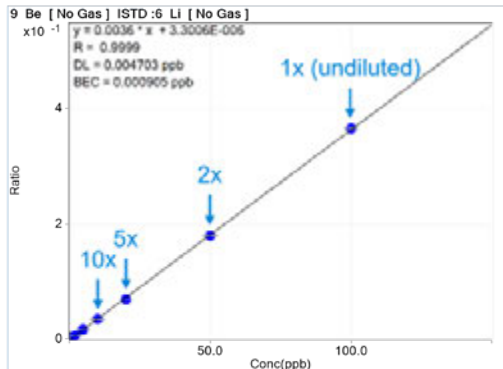
Toutes les courbes d'étalonnage automatique ont présenté une excellente linéarité sur une large gamme dynamique, d'une dilution nulle (1x) à une dilution 400x. Les coefficients d'étalonnage de toutes les courbes étaient supérieurs à 0,9995. Les courbes d'étalonnage représentatives pour les éléments sur toute la gamme de masse (Be, V, Cd et Tl) sont présentées dans la Figure 4, à gauche et à droite, respectivement. L'excellente linéarité des mélanges étalons de bas niveau démontre que l'ADS 2 est capable d'offrir une dilution exacte d'étalons jusqu'à 400x.

**Tableau 6.** Composé, mode de gaz de la cellule, étalon interne, et IDL.

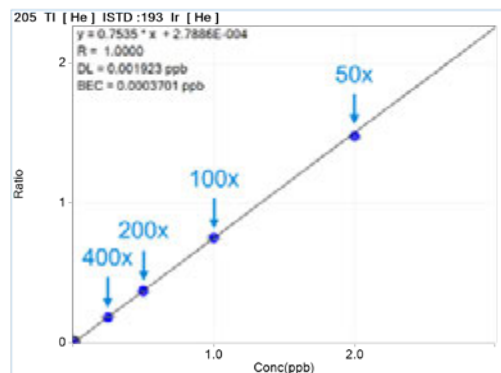
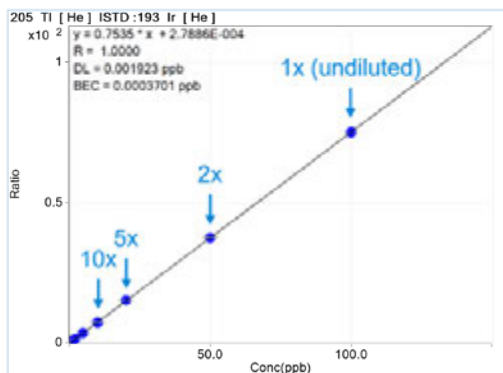
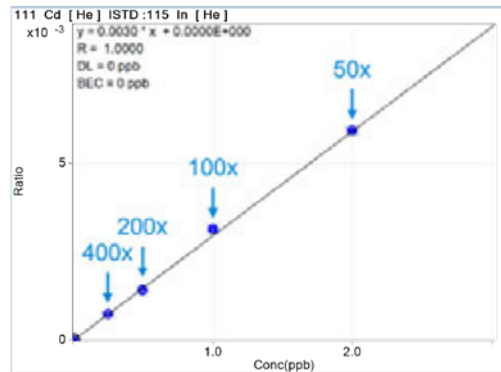
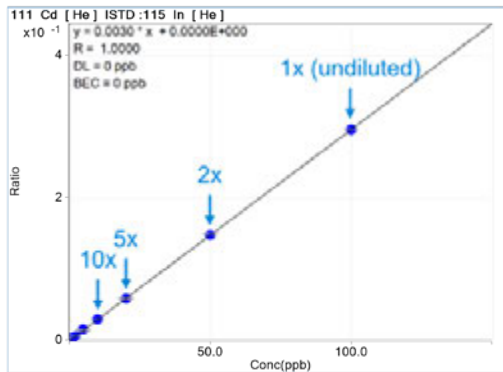
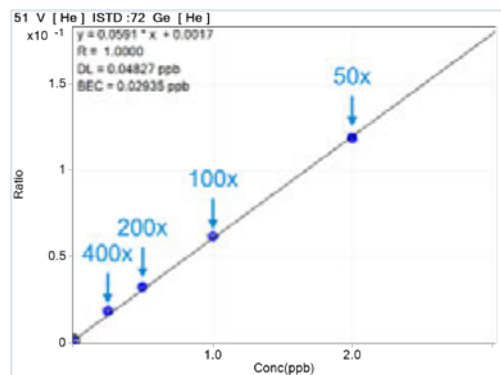
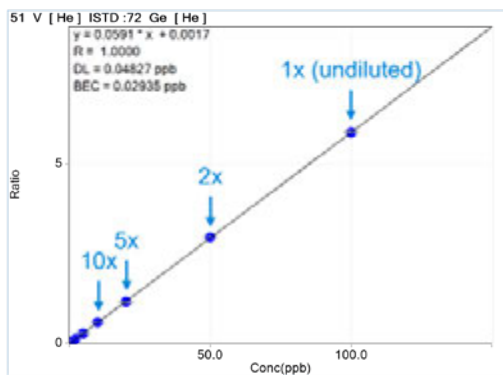
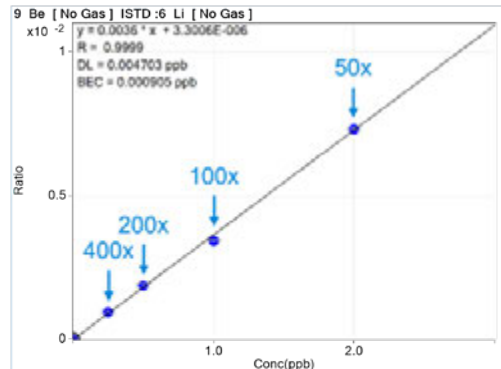
Composé	Mode	Étalon interne	IDL (µg/L)
9 Be	Sans gaz	6 Li	0,001
23 Na	He	45 Sc	1,8
24 Mg	He	45 Sc	0,041
27 Al	He	45 Sc	0,055
39 K	He	45 Sc	3,0
44 Ca	He	45 Sc	4,9
51 V	He	72 Ge	0,001
52 Cr	He	72 Ge	0,008
55 Mn	He	72 Ge	0,019
56 Fe	He	72 Ge	0,050
59 Co	He	72 Ge	0,002
60 Ni	He	72 Ge	0,009
63 Cu	He	72 Ge	0,012
66 Zn	He	72 Ge	0,016
75 As	He	72 Ge	0,020
78 Se	HEHe	72 Ge	0,040
95 Mo	He	115 In	0,001
107 Ag	He	115 In	0,001
111 Cd	He	115 In	0,001
121 Sb	He	115 In	0,002
137 Ba	He	115 In	0,019
201 Hg	He	193 Ir	0,003
205 Tl	He	193 Ir	0,0003
Pb*	He	193 Ir	0,0010
232 Th	He	193 Ir	0,0001
238 U	He	193 Ir	0,0001

\* Les données pour le Pb sont basées sur la somme des isotopes 206, 207 et 208.

## Full Scale Deflection



## Zoomed Scale



**Figure 4.** Courbes d'étalonnage pour Be, V, Cd et Tl. Gauche : gamme d'étalonnage complète préparée avec l'ADS 2 Agilent à une dilution de 400x à nulle. Droite : étalons à faible concentration uniquement, dilués automatiquement de 50x à 400x avec l'ADS 2.

### Analyse précise des MRC avec dilution réactive

Les MRC pour l'eau potable, les eaux usées, les sédiments de cours d'eau et les sols ont tous été analysés trois fois durant la séquence, et les concentrations moyennes et les recouvrements ont été calculés pour chaque composé (Table 7). Les éléments non certifiés sont considérés comme « S.o. », et les recouvrements ne sont pas donnés. La concentration de certains éléments (Na, Ca, Mo et Ba dans l'eau potable ; Al, Ca, Cr, Fe et Ba dans les sédiments de cours d'eau ; et Al, K, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Ba et Pb dans les sols) a été initialement mesurée au-dessus de la gamme d'étalonnage. Par conséquent, pour ces éléments dans ces matrices, les données présentées dans les cellules grisées ont été acquises après une dilution réactive par l'ADS 2.

Comme illustré dans le Table 7, tous les éléments certifiés ont donné un recouvrement de l'ordre de  $100 \pm 10\%$ , la plupart d'entre eux offrant un recouvrement supérieur à  $100 \pm 5\%$ . Les résultats démontrent que l'ICP-MS 7850 et l'ADS 2 peuvent quantifier différents types d'échantillons environnementaux avec une seule méthode, en appliquant une dilution réactive automatique si nécessaire.

**Tableau 7.** Concentrations et recouvrements mesurés des éléments certifiés dans les MRC (n = 3). La concentration est exprimée en µg/L. Les données présentées dans les cellules grisées ont été acquises avec l'ICP-MS Agilent 7850 après une dilution réactive automatique par l'ADS 2 Agilent.

Élément	Eau potable (1643f)				Eaux usées (CWW-TM-H)			
	Facteur de dilution	Valeur certifiée	Conc. moyenne	Recouvrement (%)	Facteur de dilution	Valeur certifiée	Conc. moyenne	Recouvrement (%)
9 Be	1	13,53	13,9	102	20	20	19,2	96
23 Na	10	18 640	19 500	105	20	S.o.	608	-
24 Mg	1	7 380	7 410	100	20	S.o.	<LD	
27 Al	1	132,5	137	104	20	100	104	104
39 K	1	1 913,3	1 980	103	20	S.o.	268	-
44 Ca	10	29 140	30 600	105	20	S.o.	253	-
51 V	1	35,71	35,9	100	20	500	508	102
52 Cr	1	18,32	18,4	100	20	500	522	104
55 Mn	1	36,77	37,3	102	20	100	98,8	99
56 Fe	1	92,51	96,7	105	20	250	266	107
59 Co	1	25,05	25,0	100	20	500	529	107
60 Ni	1	59,2	58,4	99	20	500	534	107
63 Cu	1	21,44	20,7	96	20	500	536	107
66 Zn	1	73,7	75,0	102	20	500	522	104
75 As	1	56,85	57,1	100	20	100	105	105
78 Se	1	11,583	11,7	101	20	50	49,6	99
95 Mo	10	114,2	116	102	20	100	104	104
107 Ag	1	0,9606	0,929	97	20	20	20,9	104
111 Cd	1	5,83	5,80	100	20	100	102	102
121 Sb	1	54,9	54,8	100	20	200	201	100
137 Ba	10	513,1	512	100	20	100	100	100
201 Hg	1	S.o.	0,021	-	20	S.o.	0,175	-
205 Tl	1	6,823	6,95	102	20	250	238	95
Pb*	1	18,303	18,7	102	20	500	485	97
232 Th	1	S.o.	0,007	-	20	S.o.	0,048	-
238 U	1	S.o.	0,006	-	20	S.o.	<LD	-

\* Les données pour le Pb sont basées sur la somme des isotopes 206, 207 et 208.

**Suite du tableau 7.** Concentrations et recouvrements mesurés des éléments certifiés dans les MRC (n = 3). La concentration est exprimée en µg/L. Les données présentées dans les cellules grisées ont été acquises avec l'ICP-MS Agilent 7850 après une dilution réactive automatique par l'ADS 2 Agilent.

Élément	Sédiments de cours d'eau (RS-B)				Sols (Soil-B)			
	Facteur de dilution	Valeur certifiée	Conc. moyenne	Recouvrement (%)	Facteur de dilution	Valeur certifiée	Conc. moyenne	Recouvrement (%)
9 Be	20	S.o.	0,025	-	20	S.o.	<LD	-
23 Na	20	50 000	50 300	101	20	100 000	100 000	100
24 Mg	20	120 000	119 000	99	20	80 000	79 400	99
27 Al	200	600 000	589 000	98	100	700 000	680 000	97
39 K	20	200 000	197 000	98	100	210 000	204 000	97
44 Ca	200	300 000	303 000	101	20	125 000	121 000	97
51 V	20	1 000	959	96	20	800	772	97
52 Cr	200	15 000	14 800	98	20	400	389	97
55 Mn	20	6 000	5 800	97	100	100 000	97 600	98
56 Fe	200	400 000	409 000	102	100	350 000	351 000	100
59 Co	20	150	151	100	20	100	104	104
60 Ni	20	500	478	96	20	200	205	102
63 Cu	20	1 000	944	94	100	3 000	3 000	100
66 Zn	20	5 000	4 720	94	100	70 000	69 500	99
75 As	20	200	191	96	100	6 000	5 810	97
78 Se	20	10	10,7	107	20	S.o.	1,61	-
95 Mo	20	S.o.	0,83	-	20	S.o.	1,03	-
107 Ag	20	S.o.	0,19	-	20	S.o.	0	-
111 Cd	20	30	28,7	96	20	200	196	98
121 Sb	20	40	40,1	100	20	400	387	97
137 Ba	200	4 000	3 790	95	100	7 000	6 710	96
201 Hg	20	S.o.	0	-	20	S.o.	<LD	-
205 Tl	20	10	9,34	93	20	S.o.	0	-
Pb*	20	2 000	1 890	94	100	60 000	57 500	96
232 Th	20	100	95,1	95	20	100	95,6	96
238 U	20	30	28,9	96	20	250	239	95

\* Les données pour le Pb sont basées sur la somme des isotopes 206, 207 et 208.

### Recouvrement des dopages dans l'échantillon d'eau de mer

Les résultats du dopage de la matrice pour les éléments à l'état de trace dans l'échantillon d'eau de mer artificielle sont présentés dans le tableau 8. La concentration du dopage était à 1/10 de la solution de mélange étalon (tableau 4) pour la plupart des éléments, à l'exception de Ba (20 µg/L) et Hg (1 µg/L). La concentration des éléments majeurs (Na, Mg, K et Ca) dans l'échantillon d'eau de mer d'origine était trop élevée par rapport au niveau de dopage, les recouvrements n'ont donc pas été rapportés pour ces éléments.

Les recouvrements pour tous les éléments à l'état de trace dans l'échantillon d'eau de mer se trouvaient à  $100 \pm 10$  % du niveau de dopage, ce qui atteste l'exactitude de la méthode quantitative de l'ICP-MS 7850.

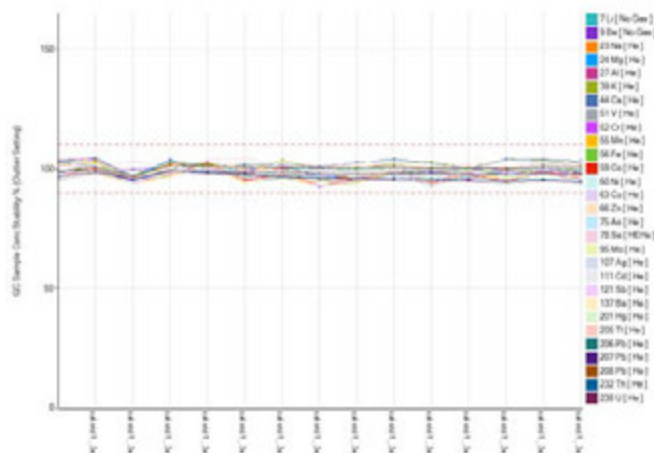
**Tableau 8.** Recouvrements de dopages d'éléments à l'état de trace dans l'eau de mer artificielle (n = 3).

Élément	Facteur de dilution	Conc. de dopage (µg/L)	Taux de recouvrement (%)
9 Be	20	10	94
27 Al	20	1 000	95
51 V	20	10	97
52 Cr	20	10	102
55 Mn	20	100	97
56 Fe	20	1 000	97
59 Co	20	10	96
60 Ni	20	10	94
63 Cu	20	10	95
66 Zn	20	100	93
75 As	20	10	93
78 Se	20	10	101
95 Mo	20	10	95
107 Ag	20	10	93
111 Cd	20	10	98
121 Sb	20	10	91
137 Ba	20	20	93
201 Hg	20	1	99
205 Tl	20	10	92
Pb*	20	100	96
232 Th	20	10	96
238 U	20	10	97

\* Les données pour le Pb sont basées sur la somme des isotopes 206, 207 et 208.

### Stabilité à long terme (recouvrements des CCV et des étalons internes)

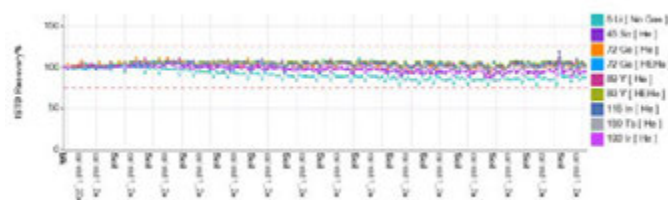
Les recouvrements de tous les composés dans les solutions d'ICV et de CCV ont été mesurés automatiquement après chaque tranche de 10 échantillons durant la séquence analytique. La CCV a été mesurée 15 fois sur près de huit heures. Comme illustré dans la figure 5, tous les recouvrements de CCV se trouvaient à  $100 \pm 10\%$  de la concentration attendue.



**Figure 5.** Recouvrements de CCV lors de la séquence de 8 heures. La solution de mélange étalon diluée 2x a été utilisée pour la CCV. Les lignes rouges en pointillés correspondent aux limites de contrôle  $\pm 10\%$ .

Les recouvrements d'étalons internes ont également été mesurés dans l'ensemble des échantillons et des étalons pendant neuf heures ; aucun réglage ni réétalonnage n'a été nécessaire. Comme le montre la figure 6, tous les recouvrements des étalons internes étaient à  $\pm 25\%$  sur l'ensemble du cycle, démontrant la robustesse et la stabilité de la méthode.

Les excellents résultats en matière de stabilité démontrent l'intérêt de l'ICP-MS 7850 avec ADS 2 pour les analyses de routine de plusieurs éléments dans les échantillons environnementaux, y compris ceux à matrice chargée, sans perte de sensibilité.



**Figure 6.** Stabilité de l'étalon interne pour 140 échantillons. Les recouvrements des étalons internes ont été normalisés par rapport au blanc d'étalonnage pour tous les échantillons. Les lignes rouges en pointillés correspondent aux limites de contrôle  $\pm 25\%$ .

## Conclusion

L'ICP-MS Agilent 7850 équipé du système de dilution avancé Agilent (Advanced Dilution System, ADS 2) simplifie l'analyse des eaux, des sédiments et des sols à travers l'automatisation des tâches manuelles chronophages. Ce système de dilution automatisé entièrement intégré a été utilisé pour analyser une longue séquence d'échantillons, y compris des échantillons à matrice chargée, avec une seule méthode.

La technologie de dilution de l'aérosol UHMI de l'ICP-MS 7850 a permis d'établir les conditions garantissant la robustesse du plasma requise pour limiter les effets-matrices et la dérive pendant l'analyse de ces échantillons à matrice chargée. Le mode Cellule de collision He s'est avéré efficace pour éliminer toutes les interférences polyatomiques dérivées de la matrice, afin d'offrir des résultats exacts sur toute la gamme de matrices d'échantillons complexes. L'ADS 2 a amélioré l'efficacité du flux de travail d'ICP-MS en apportant :

- Une dilution automatique des solutions mères étalons et des échantillons.
- Un étalonnage automatique de l'instrument à partir d'une seule solution mère étalon, même s'il est possible d'en utiliser plusieurs si une gamme d'étalonnage encore plus étendue est requise.
- Une dilution prescriptive automatique des échantillons. En règle générale, les échantillons présentant une concentration de matrice chargée sont dilués avant la mesure. Avec cette fonction, les opérations de dilution manuelle peuvent être ignorées.
- Une dilution réactive des échantillons lorsque des éléments dépassent la gamme d'étalonnage, afin de limiter les nouvelles analyses et la répétition des mesures de la séquence d'échantillons.

L'ICP-MS 7850 avec ADS 2 raccourcit le temps d'analyse d'un échantillon et diminue le coût par échantillon, tout en améliorant la qualité des résultats quantitatifs en éliminant les tâches manuelles chronophages.

## Références

1. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, publication Agilent, [5994-7211EN](#)
2. Yamanaka, K., Wilbur, S., Maximizing Productivity for High Matrix Sample Analysis using the Agilent 7900 ICP-MS with ISIS 3 Discrete Sampling System, publication Agilent, [5991-5208EN](#)
3. Kubota, T., Routine Analysis of Soils using ICP-MS and Discrete Sampling, publication Agilent, [5994-2933EN](#)

[www.agilent.com/chem/7850icp-ms](http://www.agilent.com/chem/7850icp-ms)

DE57832086

Ces informations peuvent être modifiées sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2024  
Imprimé aux États-Unis, le 19 mars 2024  
5994-7114FR

## Informations connexes

Zou, A., Yamanaka, M., Analyse intelligente des eaux usées à l'aide d'un ICP-MS Agilent avec dilueur automatique intégré, publication Agilent, [5994-7113FR](#)

Riles, P., Productive Analysis of High Matrix Samples using ICP-MS with Advanced Dilution System, publication Agilent, [5994-7232EN](#)

## Liste de consommables

Type de produit	Référence Agilent	Description
Boucle d'échantillonnage pour AVS MS/ADS 2	5005-0425	1,50 mL 1,00 mm de d.i. 1/pqt
Kits de flacons	5005-0435	Kit de flacons de diluant/vecteur 6 L, comprend une bouteille de 6 L, un bouchon StaySafe GL45, des raccords et une vanne de mise à pression atmosphérique
	5005-0436	Kit de flacons PFA de diluant 2 L pour ICP-MS, comprend un flacon en PFA de 2 L, un bouchon StaySafe GL45, des raccords et une vanne de mise à pression atmosphérique
	5005-0437	Kit de collecte des déchets, comprend un bidon de collecte de déchets de 10 L, un bouchon StaySafe S60, des raccords et un filtre à vapeur d'acide
Kit de tube AVS MS	G8411-68202	Kit préconfiguré AVS MS
Kits de tubes ADS 2	5005-0106	Kit de tube ADS 2, configuration à vanne C, 2/pqt
	5005-0107	Kit de tube ADS 2, vanne C – pompe AVS MS, 1/pqt
	5005-0182	Kit de tube ADS 2, vanne C – vanne AVS MS, 1/pqt
	5005-0102	Kit de tube ADS 2, configuration à vanne B, 4/pqt
	5005-0103	Kit de tube ADS 2, vanne A – vanne C, 1/pqt
	5005-0105	Kit de tube ADS 2, vecteur/diluant, 2/pqt
	G8457-68004	Kit de tube ADS 2, vanne A – vanne AVS MS, 1/pqt

